Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

163. BAND, 6. (SCHLUSS-) HEFT

MIT 8 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 25. OKTOBER 1958)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1958

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 163 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Sugár, E., und L. Szekeres, Bemerkungen zu bromatometrischen Messungen. V. Über die Bestimmung der Rhodanidionen 401

Datta, S. K., Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part VIII. Spectrophotometric Determination of Uranium with 1-Nitroso-2-Hydroxy-3-Naphthoic Acid. With 3 Figures in the Text 403

Mukerjee, H. G., Electro-Chromatography in the Study of Ions. Part II. With 1 Figure in the Text 408

Sommer, L., Der Nachweis des Titans mit Chromotropsäure 412

Bohnstedt, U., Die Verwendung der Indophenolblau-Reaktion zur photometrischen Stickstoffbestimmung. Mit 3 Textabbildungen 415

Zechner, S., und V. Reppestam, Schnelle Bestimmung von Phosphor in kondensierten Natriumphosphaten. Mit 1 Textabbildung 423

Huhn, H., und E. Jenckel, Über die titrimetrische Bestimmung von Maleinsäure und Maleinsäureanhydrid nebeneinander 427

Gorbach, S., und R. Bock, Die Bestimmung kleiner Mengen von Triphenylzinnacetat in Pflanzenmaterial 429

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Institut für Chemie der Landwirtschaftlichen Universität Budapest

Bemerkungen zu bromatometrischen Messungen. V*

Über die Bestimmung der Rhodanidionen

Von

E. Sugár und I. Szekeres

(Eingegangen am 14. April 1958)

Rhodanidionen können mit elementarem Brom zu Schwefelsäure und Bromcyan oxydiert werden im Sinne der Gleichung

$$SCN^- + 4\,H_2O + 4\,Br_2 = SO_4^{2-} + BrCN + 8\,H^+ + 7\,Br^-.$$

Bei der Bestimmung der Rhodanidionen kann der zur Oxydation nicht gebrauchte Bromüberschuß jodometrisch zurücktitriert werden, wobei auch Bromcyan aus den Jodiden Jod freisetzt:

$$BrCN + 2\,J^- = CN^- + Br^- + J_2.$$

Die zur Oxydation der Rhodanidionen nötige Brommenge wird also nach folgender Gleichung berechnet[1,2]:

$$HSCN + 4\,H_2O + 3\,Br_2 = H_2SO_4 + HCN + 6\,HBr$$

HSCN kann auch mit Bromsäure oxydiert werden[3,4]

$$HSCN + HBrO_3 + H_2O = H_2SO_4 + HCN + HBr.$$

Diese Reaktionen bilden die Grundlage der bekannten jodometrischen[1,2] und bromatometrischen[3,4] Bestimmungsmethoden.

Die bromatometrische Bestimmung ist bisher mit irreversiblen Farbindicatoren[3,4] oder potentiometrisch durchgeführt werden. Joshi[3] arbeitet bei einer HCl-Konzentration von 1,5—3,0 n, nach unseren Untersuchungen ist auch eine 1,0 n Salzsäurekonzentration noch genügend.

Wir versuchten, den von Joshi[3] verwendeten irreversiblen Indicator Methylorange durch die bewährte reversible Indication mit Jodstärke[5,6,7] zu ersetzen.

In Gegenwart von Jodstärke ist die Lösung während der Titration mit Kaliumbromatlösung blau, die blaue Farbe verschwindet aber mit dem ersten überschüssigen Tropfen $KBrO_3$-Maßlösung infolge Bildung von JBr. Der Indicator ist reversibel, da die Rhodanidionen das JBr wieder zu elementarem Jod reduzieren.

* Teil IV: Vgl. diese Z. **163**, 250 (1958).

Auf Grund unserer Untersuchungen können wir den Gebrauch des reversiblen Jodstärke-Indicators bei der bromatometrischen Bestimmung der Rhodanidionen empfehlen.

Arbeitsverfahren. Man gibt 10 ml der zu untersuchenden, etwa 0,1 n NH_4SCN-Lösung in einen Titrierkolben, versetzt mit 50 ml 1 n Salzsäure, 1 ml Stärkelösung und 2 Tropfen alkal. Jodlösung. Die Titration wird optimal in einem 1 n salzsauren Medium durchgeführt. Bei einer niedrigeren Konzentration findet keine Reaktion statt, in einer stärker konzentrierten Lösung kann man nur langsam titrieren, da sich die Lösung vorübergehend immer wieder entfärbt. Die 0,1 n $KBrO_3$-Maßlösung läßt man unter gleichmäßigem Schütteln in den Titrierkolben fließen. Die blaue Farbe der Jodstärke wird während der Titration ausgesprochen lila, in unmittelbarer Nähe des Endpunktes tritt Rosafärbung auf, ein weiterer Tropfen Maßlösung bewirkt Entfärbung. Mit 2 Tropfen Indicatorlösung werden Blindproben durchgeführt.

1 l 0,1 n $KBrO_3$-Lösung entspricht M/60 = 1,269 g NH_4SCN.

Wir haben unsere Messungen durch das Indikationsverfahren mit Methylorange kontrolliert.

Durchschnittsverbrauch an 0,1 n $KBrO_3$-Lösung bei 25 Messungen 10,05 m.; Durchschnittsverbrauch der Blindproben an 0,1 n $KBrO_3$-Lösung 0,06 ml; Durchschnittsverbrauch der Kontrollbestimmungen an 0,1 n $KBrO_3$-Lösung 9,97 ml.

Man sieht, daß die Messungen innerhalb der erlaubten Fehlergrenzen gut übereinstimmende Werte geben.

Zusammenfassung

Rhodanidionen können mit $KBrO_3$-Maßlösung in 1 n salzsaurem Medium in Gegenwart von Jodstärke als Indicator bestimmt werden. Während der Titration ist die Lösung blau, der erste überschüssige Tropfen der Maßlösung entfärbt.

Literatur

[1] Böttger, W.: Newer Methods of Volumetric Chemical Analysis, p. 69. London: Chapman and Hall 1938. — [2] Erdey, L.: Bevezetés a kémiai analizisbe II. S. 216. Budapest 1947 (Ungarisch). — [3] Joshi, M. K.: diese Z. **157**, 192 (1957). — [4] Nakazon, T., u. S. Inoko: Sci. Rep. Tôhoku Imp. Univ., Ser. I, **26**, 303 (1937); vgl. diese Z. **118**, 353 (1939/40). — [5] Szekeres, L., E. Sugár u. É. Pap: Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 264 (1957); vgl. diese Z. **161**, 205 (1958). — [6] Szekeres, L., E. Sugár u. É. Pap: diese Z. **159**, 418 (1957/58). — [7] Szekeres, L., E. Sugár u. É. Pap: diese Z. **163**, 32 (1958).

Prof. Dr. L. Szekeres, Budapest VII., Peterdy u. 12
Dr. E. Sugár-Novák, Budapest VIII., Kisfaludy u. 28/a (Ungarn)

Darjeeling Government College, Darjeeling, India

Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis

Part VIII*

Spectrophotometric Determination of Uranium with 1-Nitroso-2-Hydroxy-3-Naphthoic Acid

By
SACHINDRA KUMAR DATTA

With 3 Figures in the Text

(Eingegangen am 9. Mai 1958)

It has been seen that 1-nitroso-2-hydroxy-3-naphthoic acid produces quantitative coloured precipitates with cobalt[1], thorium, zirconium[2], uranium and palladium[3] and the reagent has been used for their gravimetric determinations. In the present paper a method has been developed for the spectrophotometric determination of uranium in an indirect way. The method is based on the dissolution of the uranium precipitate in dilute ammonia and the measurement of absorbance of the resulting solution at 430 mμ, at which wave lenght the absorption was found to be maximum. BEER's law was obeyed between concentrations from 2 mg to 80 mg of uranium per litre and the optimum p_H for the determination was found to be between 8 and 11. The method is useful since most of the foreign elements can be separated from the uranium solution, prior to its photometric determination.

Experimental

Reagents and Solutions

1-Nitroso-2-hydroxy-3-naphthoic acid was prepared according to methods described earlier[5]. A 1% solution in water was prepared.

Stock solution of uranium(VI) was prepared from its A. R. sulfate and standardised with tannin[4,5]. Stock solutions of other metals were also prepared and estimated by standard methods.

Apparatus

A Beckman, Model DU quartz spectrophotometer was used for the measurement of absorbances in 1 cm cells; p_H measurements were made with a Beckman p_H meter, Model G.

---

* Part VII: See Z. analyt. Chem. **163**, 349 (1958).

Spectral Curves and Choise of Solvent Concentrations

A quantity of the uranyl complex of 1-nitroso-2-hydroxy-3-naphthoic acid was prepared and purified by the methods described before[5]. A small amount of the complex was dissolved in a little quantity of 3 M ammonia solution and the volume was made up to 250 ml with the same ammonia solution, so that the final concentration of uranium in the solution was $3.01 \cdot 10^{-4}$ M. The spectral absorption values of this solution against water as reference solution were read at intervals of 10 mμ, in the wave length range 400 to 540 mμ. The absorption values at various wave lengths are given in Table 1. A series of spectra of uranium complex in solutions of varying concentrations of ammonia were obtained in order to evaluate the effect of the concentration of ammonia upon the absorbance. The concentration of ammonia was varied from 1 M to 6 M. All the spectra were of identical shape, exhibiting maximum absorbance at 430 mμ and the magnitude of absorbance at the maxima was found to vary slightly. The absorbances of the free reagent in the same concentration of ammonia were also read against water, a curve of slightly different nature, with very little absorbance at 430 mμ was obtained (Fig. 1).

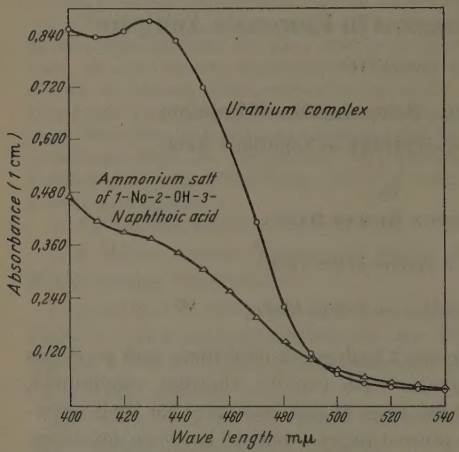


Fig. 1. Absorbance spectra: uranium = $3.01 \cdot 10^{-4}$ M; reagent = $6.70 \cdot 10^{-4}$ M

Table 1

Study of Absorbance at Different Wave Lengths, $p_H = 10.4$

Wave length mμ	Absorbance of U-complex in ammonia U = $3.01 \cdot 10^{-4}$M	Absorbance of reagent in ammonia reagent = $6.70 \cdot 10^{-4}$ M
400	0.854	0.469
410	0.839	0.411
420	0.848	0.389
430	0.870	0.373
440	0.828	0.342
450	0.720	0.301
460	0.588	0.254
470	0.414	0.196
480	0.220	0.143
490	0.119	0.105
500	0.073	0.081
510	0.051	0.064
520	0.043	0.054
530	0.040	0.048
540	0.036	0.039

Effect of Hydrogen Ion Concentration

As the uranium complex is also fairly soluble in dilute mineral acids and on acidification of the ammoniacal solution no precipitation occurred, it was felt desirable to determine the optimum p_H of the solution at which the absorbance would be maximum. It was also thought that solutions of 3 M ammonia previously made more alkaline with NaOH might offer some advantage, in view of the expected p_H decrease due to the volatilisation of a little ammonia during working. The p_H of a 3M ammonia solution of the uranium salt of the reagent was therefore varied by adding various amounts of NaOH or HCl and the absorbances of the resulting solutions were measured. The results are shown in Table 2 and Fig. 2. The optimum p_H range was found to be between 8 and 11. The acidic solutions exhibited very low absorbances.

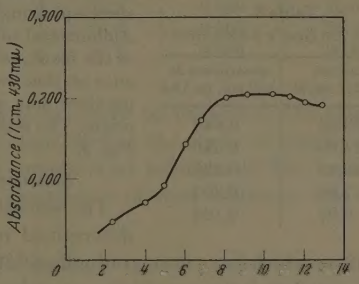


Fig. 2. Effect of p_H on the absorbance of uranium 1-nitroso-2-hydroxy-3-naphthoate

Table 2
Study of Absorbance at Different p_H Values
Uranium taken = 17.94 mg/l

p_H	Absorbance at 430 mμ vs. water	p_H	Absorbance at 430 mμ vs. water
2.35	0.048	8.18	0.201
3.98	0.071	9.20	0.202
4.84	0.092	10.41	0.204
6.16	0.141	11.28	0.201
6.46	0.158	12.16	0.195
7.20	0.185	12.87	0.191

Stability of the Colour System

The absorbance of a solution of the uranium complex at p_H 10.4, containing 8.97 mg of uranium per litre was measured at different intervals of time over days. The absorbance of the solution was found to be more or less constant. The colour of the complex faded completely after 7 days and a yellow precipitate of uranyl hydroxide deposited.

Preparation of the Calibration Curve

20 ml of uranyl solution, containing 17.94 mg of uranium, were diluted to 30 ml and the p_H adjusted to 4 by acetate buffer mixture. The solution was heated to boiling and uranium precipitated with a 1% solution of the reagent in alcohol. The mixture after digesting on a water bath for 20 min. was filtered and washed with hot water and then with hot alcohol (75%) on a glass sintered crucible. The precipitate was then dissolved in 3 M ammonia solution and the volume was made up to 250 ml

with the same. Aliquot quantities of this solution were transferred to 25 ml flasks and were diluted to volume, so that the p_H of the final solution became 10.4. Adjustment of p_H was done with dilute NaOH solution or hydrochloric acid. The absorbancy of this solution was measured in 1 cm cells in the spectrophotometer against water blank, at 430 mμ. Ammoniacal solution at the same p_H was not used as the blank, as the same had practically no absorbance at this wave length. The standard curve thus obtained was a straight line passing through the origin. The results have been shown in Table 3 and Fig. 3.

Table 3
Data for Beer's Law Curve

Uranium complex mg/lit	Absorbance at 430 mμ, p_H 10.4
53.82	0.646
44.85	0.540
35.88	0.425
17.94	0.203
8.97	0.104

Sensitivity of the Colour Reaction

The sensitivity of the colour system was determined by measuring the absorbances of solutions which have been gradually diluted. The practical sensitivity was 0.5 μg/cm^2 and the sensitivity according to SANDELL[6] was 0.1 μg/cm^2.

Analytical Procedure Recommended

Aliquot quantities of the original stock solution of uranyl sulfate were taken in Erlenmeyer flasks and uranium was precipitated with 1% reagent solution as described before. The precipitates after proper washing, were dissolved in 3 M ammonia solutions and made up to definite volumes as described earlier. Measurement of absorbances was done in 1 cm cells, at the maximum sensitivity of the instrument, at 430 mμ. A few representative data on the results of such derminations are entered in Table 4.

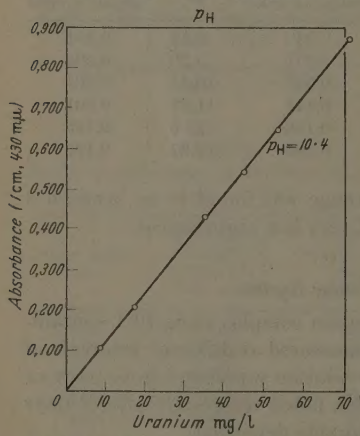


Fig. 3. Standard curve for uranium complex

Effect of Interfering Ions

It was observed earlier[3] that a number of metals interfered in the gravimetric determination of uranium with this reagent. These metals are mercury, lead, iron, cerium(IV), thorium, zirconium and palladium. The uranium complex, however, could be extracted from thorium and zirconium, when present in smaller amounts, with ammonia. As in this colorimetric method uranium is first precipitated with the reagent and then the colorimetric study of the uranium complex in ammoniacal solution is made, the above mentioned metals should be absent in the uranium solution or should be removed prior to the precipitation of uranium. The metals which do not interfere, viz. copper, cadmium, bismuth, calcium, barium, strontium, zinc, magnesium, nickel, manganese,

Table 4. *Determination of Various Amounts of Uranium*

Uranium taken mg/l	Absorbance at 430 mμ	Uranium found mg/l	Uranium taken mg/l	Absorbance at 430 mμ	Uranium found mg/l
5.2	0.047	4.96	20.8	0.248	20.61
10.4	0.118	10.10	26.0	0.305	25.40
15.6	0.182	15.20	31.2	0.366	30.80

titanium, vanadium and platinum etc., may be present in the original uranium solution before precipitation. Hence, the study of interference, by adding foreign ions to the ammoniacal solution of the uranium complex and by measuring the absorbance of such solutions, was considered useless.

Discussion

The spectrophotometric method for the determination of uranium is based on the fact that uranium complex of 1-nitroso-2-hydroxy-3-naphthoic acid is soluble in ammonia and this coloured solution shows absorption maximum at 430 mμ. The colour reaction follows BEER's law up to 80 mg of uranium per litre, at p_H 10.4, which is the optimum p_H for the measurement of uranium. The spectral curve of the ammoniacal solution of the reagent is different from that of the complex. This shows that the complex does not break in ammonia solution, it is stable for about a week. The practical limit of sensitivity of the colour reaction is 0.5 $\mu g/cm^2$. As the uranium complex is first precipitated in acid solution with the reagent, a number of non-interfering elements are thus excluded from their coming into the solution of the uranium complex in ammonia. But metals which interfere in the gravimetric estimation of uranium with this reagent, should be absent. The disadvantages of the method are:

1. The method is indirect, as the metal complex is not extractible in any water-immiscible solvent.

2. As only 4 mg of uranium could be precipitated from 50 ml solution with this reagent, it is not possible to estimate quantities less than 2 mg per 25 ml, by this method.

Acknowledgement. The author takes much pleasure in expressing his gratefulness to Dr. D. M. BOSE, Director and Dr. P. K. BOSE, Head of the Department of Chemistry, Bose Research Institute, Calcutta, for kindly giving him all facilities for carrying out the spectrophotometric works in the Chemical Laboratory of the Institute. He is also thankful to Mr. H. C. CHAKRAVORTY of the Institute, for his unstinted help in the work.

References

[1] DATTA, S. K.: J. Indian. chem. Soc. **34**, 238 (1957); cf. Z. analyt. Chem. **161**, 367 (1958). — [2] DATTA, S. K.: J. Indian. chem. Soc. **34**, 531 (1957); cf. Z. analyt. Chem. **163**, 137 (1958). — [3] DATTA, S. K.: Z. analyt. Chem. **155**, 241 (1957). — [4] DAS-GUPTA,

P. N.: Analyst **55**, 154 (1930). — [5] Das-Gupta, P. N.: J. Indian. chem. Soc. **6**, 763, 777 (1929); cf. Z. analyt. Chem. **83**, 213 (1931). — [6] Sandell, E. B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals; Interscience Publishers. N. Y., 1950.

Sachindra Kumar Datta,
Chemical Laboratory, Darjeeling Government College, Darjeeling (India)

Scottish Church College, Calcutta-6, India

Electro-Chromatography in the Study of Ions

Part II*

By
Hari Gopal Mukerjee

With 1 Figure in the Text

(Eingegangen am 27. Mai 1958)

In earlier communications[3] the effect of concentration of several electrolytes on the ionophoretic movement of Cu and Cd had been described.

This paper deals with (1) the mobility of ions and (2) the time-migration-distance relationship of ions in different electrolytes.

Durrum, Kunkel, McDonald, Grassman and others independently studied the time-migration-distance relationship in the case of albumin[1].

Time-migration-distance relationship in the case of inorganic ions has not been studied uptil now. It was, therefore, found desirable to carry on a systematic and extensive study of the mobility of inorganic ions with a view to determine their time-migration-distance relationship.

While investigating the migration rates of various ions in different carrier electrolytes, it was observed that inorganic ions can be broadly grouped into two classes: (1) Some are fast moving ions either moving towards the anode or the cathode and (2) others are very slow moving ions, either moving towards the cathode or the anode or partly towards the anode and partly toward the cathode or they remain practically at the point of start without any movement when subjected to electrophoresis.

It has been found that in 0.1 N potassium chloride as carrier electrolyte Ni, Co, Al, Cu, Mn, Zn, UO_2^{++}, Fe, Cd and Sn behave as fast moving cations and Hg, Pd and Pt as fast moving anions arranged in order of decreasing mobility; Ag, As, Sb and Bi, on the other hand, in the same carrier electrolyte behave as very slow moving ions and remain practically at the point of application even after long hours of electrophoresis. The sequence of migration shown above alters if any one of the factors, such as the size

* Part I: See Z. analyt. Chem. **163**, 87 (1958).

of the drop, the nature and concentration of the carrier electrolyte, the treatment and the wetness of the paper, the position and the quality of the paper, temperature, voltage and the direction of the hydrostatic flow through the paper is slightly altered. It has also been observed that not only the speed of the migration but also the direction of migration (anionic or cationic) of an ion depends on the nature of the carrier electrolyte. Thus, Bi, Sb, Ag or As, which behave as slow moving ions in most of the carrier electrolytes, have been found to behave as fast moving anions in the carrier electrolytes mentioned against each e. g., (i) Bi in sodium potassium tartrate, sodium citrate and in ammoniacal EDTA, (ii) Sb in ammonium oxalate, sodium potassium tartrate, citric acid and tartaric acid, (iii) As in phosphoric acid, ammonium chloride and potassium sulphocyanide, and (iv) Ag in potassium cyanide medium.

It has also been noticed that with increase of concentration of carrier electrolyte such as potassium chloride, the rate of movement of fast moving ions decrease, except in the case of Cd where, with increase of concentration of the same carrier electrolyte, reversal of the direction of movement takes place. One of the causes of this retardation may be due to the electrical friction effect which increases with the concentration of the carrier electrolyte as suggested by DEBYE and HÜCKEL and by ONSAGAR[2].

It has also been found, that when all other factors on which the electrical mobility of ions depend, remain constant, in the case of fast moving ions the distance traversed increases with time of run; in the case of slow moving ions, as is to be expected, no appreciable change has been observed. Though the electrical mobility of some fast moving ions decrease to an appreciable extent with increasing concentration of the carrier electrolytes due to increased electrical friction and other causes, the distances traversed by these ions have been found to increase with time. In the case of slow moving ions, however, with the increase of concentration of the carrier electrolyte there is practically no movement of the ions even after 12 hours' run.

Names of some fast moving ions and slow moving ions (either moving towards the anode or the cathode or partly moving towards the anode and partly towards the cathode) in different carrier electrolytes are given in the Table 1 (p. 410). No sign indicates that the movement of the ion is anionic and a negative sign indicates that the movement of the ion is cationic. An ion which moves partly towards the cathode and partly towards the anode is included in the parentheses.

From Table 1 it will be clear that the separation of a mixture containing three ions of which one is a fast moving cation, the second a fast moving anion and the third a very slow moving cation or anion can be easily effected by this method of ionophoresis. From a study of the

Table 1

Fast moving ion	Slow moving ion	Carrier electrolyte
Ni, —Co, —Zn, —Cu, —Cd, —UO_2; Hg	—Sb, (Ag)	0.1 N Ammonium chloride
—Ni, —Co, —Cu, —Mn, —Zn, —UO_2; Pd, Hg, Au, Bi	(Sb), (Ag)	0.1 N Hydrochloric acid
—Co, —Ni, —Cd, —Zn, —Pb, —Cu; —Al, —Be, —UO_2; Sb	—Bi	0.1 N Tartaric acid
Sb, Bi, Sn	(Hg), (As)	0.1 N Sodium potassium tartrate
—Cd, —Ni, —Co, —Zn, —Pb, —Cu; UO_2, Sb	—Hg	0.1 N Citric acid
—Sn, —As; Cu, Ni, Co, Zn, Cd, Pb, Bi, Sb, Pt	—Ag	0.1 N Sodium citrate
—Co, —Ni, —Pb, —Zn; Hg, Pt, Pd	Bi, Ag, (Au), (Fe)	0.1 N Sodium nitrite
—Mn, —Zn, —Ni, —Co; Hg, Cd	(Bi), (Pb), —Ag, —Cu	0.1 N Potassium iodide
—Co, —Ni, —Pb, —Zn, —Al, —Be, —UO_2; Hg ,Os, Pd	—Bi, —Cu, —Ag, Au	0.1 N Ammonium sulphocyanide
—Cd, —Co, —Ni, —Cu, —Zn, —Al, —UO_2, —Pb.	—Sn	0.1 N Potassium nitrate

migration rate of different ions, it has also been possible to separate successfully a mixture containing up to five cations as shown in an earlier communication[3].

In the Table 2 distances in mm traversed by Hg and Cd in 0.1 N sodium chloride and by Cu in 0.2 N sodium chloride (as in 0.1 N sodium chloride migration zone of Cu was not well-defined and was

Table 2

Time in hours	Distance traversed under a potential difference of 150 volts in the carrier electrolyte		
	0.1 N sodium chloride		0.2 N sodium chloride
	Hg	Cd	Cu
1	2 to 23	0 to —18	— 4 to — 27
2	9 to 33	— 9 to —37	—12 to — 44
3	20 to 41	—15 to —50	—22 to — 58
4	32 to 54	—22 to —57	—36 to — 68
5	53 to 78	—31 to —64	—50 to — 84
12	105 to 158	—46 to —87	—71 to —108

diffused; whereas in 0.2 N sodium chloride the zone was well-defined and compact) with time have been recorded. The movements of Sb and Bi in 0.1 N sodium chloride was practically nil even after 12 hours' run.

Graphs are drawn to show the time-migration-distance relationship (Fig. 1). The distances are measured from the apex and the middle of the band. Ordinates represent time in hours and abscissae the migration distances. From the graph it appears that the migration distance usually

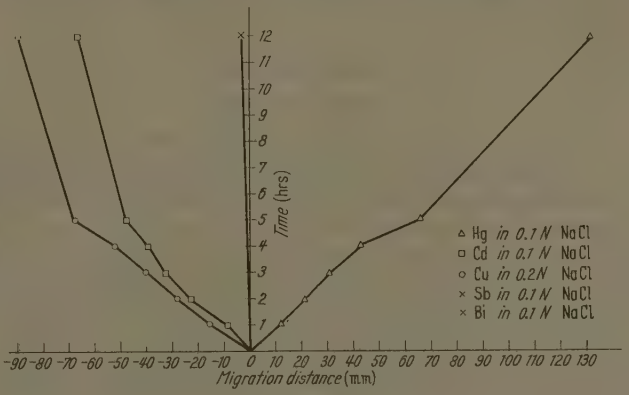


Fig. 1. Time-migration-distance relationship curve

increases, as is to be expected, with time in the case of fast moving ions, such as Cu, Cd and Hg, while in the case of very very slow moving ions, such as Sb and Bi, it is nearly independent of time.

Summary

The migration distance in the case of a fast moving ion increases with time, as is to be expected, while in the case of a slow moving ion, it is nearly independent of time. Names of fast moving and slow moving ions and carrier electrolytes are shown in a table.

Aknowledgement. The author is indebted to Dr. H. J. Taylor, Ph. D., Principal and Prof. R. N. Das, Head of the Department of Chemistry, Scottish Church College, Calcutta, for giving laboratory facilities for the work.

References

[1] Block, R. J., E. L. Durrum and G. Zweig: A Manual of Paper Chromatography and Paper Electrophoresis. Academic Press Inc. Publishers. New York, 1955. — [2] Lederer, M.: Introduction to Paper Electrophoresis and Related Methods Elsevier Publishing Co. Amsterdam: 1955. — [3] Mukerjee, H. G.: Z. analyt. Chem. **155**, 406 (1957); **162**, 28 (1958); **163**, 87 (1958).

Prof. H. G. Mukerjee, 3 Lake Place, Calcutta-29 (India)

Aus dem Institut für analytische Chemie der Universität Brno (Brünn), Tschechoslowakei

Der Nachweis des Titans mit Chromotropsäure

Von
LUMÍR SOMMER

(Eingegangen am 27. Mai 1958)

In der Gruppe der analytischen Reaktionen auf Ti^{IV} sind die Reaktionen mit o-Diphenolen und Polyphenolen (p_D 5,5—5,6) sowie mit o-Phenolcarbonsäuren (p_D 4,6—4,9) von besonderer Wichtigkeit. In schwach saurer Lösung entstehen hier gelbe bis orangerote Färbungen[4]. Leider stören mehrere Fremdionen, besonders Fe^{3+}, UO_2^{2+}, VO^{2+}, MoO_4^{2-} und NbO_3^-, deren störender Einfluß manchmal nur schwer aufgehoben werden kann.

Außerordentlich empfindlich und ausgeprägt sind die Reaktionen der peri-Diphenole, der Chromotropsäure und des 1,8-Dioxynaphthalins. Die Farbtönung ist vom p_H-Wert und der Konzentration des Reagenses abhängig (siehe Tabelle).

Tabelle

	p_H 1—2	p_H 5	p_D
Chromotropsäure	rote Färbung	orange Färbung	5,9
1,8-Dioxynaphthalin	rotviolette Färbung oder Niederschlag	tief orange Färbung oder Niederschlag	5,6

1,8-Dioxynaphthalin ist aber nur wenig beständig und deshalb für analytische Zwecke kaum geeignet.

Die Gruppe 5,6 Ti in Gegenwart einer ungesättigten Bindung an einem benachbarten Kohlenstoffatom kann als sogenannte funktionsanalytische Gruppe auf Ti^{IV} betrachtet werden. Die Reaktionsempfindlichkeit hängt unmittelbar mit der Beständigkeit des entstehenden Chelatcyclus und auch der Wasserstoffbindung zwischen beiden Sauerstoffatomen zusammen[5].

Die Chromotropsäure ist schon früher zum Titannachweis vorgeschlagen worden[1,3,9], man hat aber die Reaktionsbedingungen bisher nicht näher festgelegt. Die Empfindlichkeit ist von der Art der Ausführung der Reaktion, von der Reagenskonzentration und vom p_H-Wert abhängig; die unzureichende Beachtung dieser Abhängigkeiten erklärt die mangelhafte Übereinstimmung der Empfindlichkeitsangaben in der Literatur[6].

Unter genau festgelegten Bedingungen ist die Reaktion der Chromotropsäure die empfindlichste Tüpfelreaktion auf Ti^{IV} und in Gegenwart von Ascorbinsäure genügend selektiv.

Die Reaktionen der Chromotropsäure (siehe auch [2,6,7,8]). Die Chromotropsäure reagiert, wie die folgende Zusammenstellung zeigt, in schwach saurer und schwach ammoniakalischer Lösung mit einer Anzahl von Ionen. Als Reagens haben wir eine 1%ig-wäßrige Lösung des Dinatriumsalzes benutzt. Die Empfindlichkeiten sind für die Ausführung als Tüpfelreaktionen angegeben.

Ag^+. In neutraler Lösung entsteht kein Niederschlag. Beim Erwärmen bildet sich rasch elementares graues Silber (p_D 2,0). Präparate der Chromotropsäure erhalten gewöhnlich Chlorion, daher fällt zugleich AgCl aus.

Hg_2^{2+}. In verdünnter Salpetersäure entsteht kein Niederschlag. Konz. Salpetersäure färbt die Lösung gelb; wenn gepuffert wird, bildet sich rasch graues elementares Hg (p_D 3,0).

Hg^{2+}. Es entsteht eine orangegelbe Lösung oder ein ebenso gefärbter Niederschlag, der bei höherer Temperatur rot wird. Er löst sich in konz. Natriumacetatlösung und in Salpetersäure. In Gegenwart von Cl^- wird der Niederschlag weiß (p_D 2,7).

Cu^{2+} gibt in neutraler oder schwach ammoniakalischer Lösung in Gegenwart von H_2O_2-Spuren in der Wärme eine rotbraune Färbung. Ni^{2+}, Zn^{2+}, Cd^{2+} stören nicht, Co^{2+} stört durch seine Färbung (p_D 6,0).

Bi^{3+}. In schwach saurer Lösung entsteht ein graulicher Niederschlag, löslich in 2n Salpetersäure.

Fe^{3+} gibt in Gegenwart von Natriumacetat oder Hexamethylentetramin eine grüne bis blaugrüne Lösung (p_D 5,0). Die sauren Lösungen werden gelb, alkalische entfärben sich und Fe^{3+} hydrolysiert. F^-, PO_4^{3-}, org. Oxysäuren und Oxalate stören.

Au^{3+} wird in der Wärme zum Metall reduziert. Pd^{2+}-Lösungen färben sich beim Sieden dunkel, Ir^{IV} wird entfärbt, Rh^{III} ändert sich auch in der Siedehitze nicht.

UO_2^{2+}. In schwach saurem Medium entsteht eine orangegelbe, in Gegenwart von Natriumacetat rotorange Färbung. In der Siedehitze und beim Tüpfeln am Papier scheidet sich ein brauner Niederschlag aus (p_D 3,3).

Zr^{4+} gibt in schwach saurer Lösung einen weißen Niederschlag, der in 2n Salzsäure löslich ist (p_D 3,8).

WO_4^{2-}. In neutralem und schwach saurem Medium entsteht eine gelbe Färbung. In der Siedehitze wird die Lösung entfärbt.

VO_3^-. In schwach alkalischer Lösung tritt eine violette Färbung auf, die in konzentrierten Alkalien verschwindet. In schwach saurem Medium färbt sich die Lösung gelb, in gepufferten Lösungen braunorange. In Schwefelsäure (1 : 1) bildet sich das saftig orangegefärbte Oxydationsprodukt der Chromotropsäure.

VO^{2+} bildet in neutralem Medium oder in Gegenwart von Natriumacetat eine rotorange Färbung.

MoO_4^{2-}. In neutralem Medium wird die Lösung orangefarben, bei Zusatz von Natriumacetat gelb; Säuren entfärben (p_D 3,6).

NbO_3^-. Die in schwach saurer Lösung entstehende gelbe bis orange Färbung verblaßt beim stärkeren Ansäuern. Oxalate, F^-, ÄDTA und organische Oxysäuren stören in schwach saurem Medium. TaO_3^- reagiert erst bei höheren Konzentrationen in saurem Medium (p_D 5,3).

$Cr_2O_7^{2-}$. In saurem Medium bildet sich in Abhängigkeit vom p_H-Wert und der Temperatur eine rotbraune bis rotviolette Färbung. Mit steigender Konzentration der Schwefelsäure sinkt die Empfindlichkeit der Reaktion [p_D 4,0 (CrO_4^{2-})].

Die Ionen Pt^{IV}, Th^{4+}, Rh^{III}, Y^{3+}, La^{3+}, In^{3+}, Al^{3+}, Ce^{3+}, Sb^{3+}, Pb^{2+}, Sn^{2+}, Be^{2+}, Cd^{2+}, Mn^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Zn^{2+}, Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}, Mg^{2+}, Tl^{+}, ScO_3^{2-} und TeO_3^{2-} reagieren mit dem Reagens nicht sichtbar. Be^{2+} und Al^{3+} bildet mit dem Reagens stabile farblose Chelate, die das Spektrum der Chromotropsäure im UV-Licht stark beeinflussen, Ce^{IV} oxydiert das Reagens.

Titan(IV)-Nachweis

Zu einem Tropfen der schwach sauren Lösung der Probe auf einer Tüpfelplatte werden einige Körnchen der festen Chromotropsäure und ein Körnchen Natriumacetat (je nach dem p_H-Wert der Lösung) zugesetzt. Es entsteht eine rote oder orange Färbung. Bei dieser Arbeitsweise erreicht man die größte Empfindlichkeit (p_D 5,9). Sie bleibt im p_H-Bereich 2—5 unverändert. Beim Tüpfeln auf Papier ist die Empfindlichkeit kleiner (p_D 4,7) und sinkt rasch mit abnehmendem p_H-Wert weiter ab, wenn in der Lösung kein großer Reagensüberschuß vorhanden ist.

Salpetersäure, org. Oxysäuren und Oxalsäure stören. Bei p_H 5 stören F^- und PO_4^{3-} nicht mehr. In schwach sauren Lösungen reagiert auch Fe^{3+}, $Cr_2O_7^{2-}$, UO_2^{2+}, VO_3^-, MoO_4^{2-}, NbO_3^- (Färbung), Hg^{2+}, Hg_2^{2+}, Ag^+, Au^{3+} (Niederschlag). Der störende Einfluß von Fe^{3+} und einigen anderen Ionen kann durch Reduktion mit Hydroxylaminchlorhydrat bei p_H 2—3 in der Wärme oder mit Ascorbinsäure bei p_H 1—2 beseitigt werden. Die Ti^{IV}-Reaktion wird in Gegenwart der Reduktionsmittel nicht einmal beim Verhältnis Ti : Fe = 1 : 1500 gestört, was z. B. für den Titannachweis in legierten Stählen von Vorteil ist. Nur ein Überschuß von VO_3^- und MoO_4^{2-}, die nach einer Weile durch Ascorbinsäure zu blauen Lösungen reduziert werden, macht den Titannachweis unsicher.

Zusammenfassung

Unter den Polyphenolen mit einer o- oder peri-Hydroxylgruppierung ist die Chromotropsäure das wertvollste Reagens auf Ti^{IV}. In schwach saurer Lösung ist die Empfindlichkeit groß (p_D 5,9) und die Reaktion ist in Gegenwart von Ascorbinsäure weitgehend selektiv.

Literatur

[1] Hauser, O., u. A. Lewite: Ber. dtsch. chem. Ges. **45**, 2480 (1912). — [2] Mathur, K. C., u. A. K. Dey: diese Z. **154**, 347 (1957). — [3] van Nieuwenburg, C. J.: in Deuxième Rapport, Réactifs pour l'Analyse Qualitative Minérale, Bâle, Wepf et Cie, 1945. Seite 123. — [4] Okáč, A., u. L. Sommer: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **15**, 345 (1956); vgl. diese Z. **156**, 442 (1957). — [5] Okáč, A., u. L. Sommer: Chem. Listy **50**, 1746 (1956); Collect. czechoslov. chem. Commun. **22**, 464 (1957); vgl. diese Z. **156**, 443 (1957). — [6] Okáč, A., u. L. Sommer: Chem. Listy **50**, 1711 (1956); Collect. czechoslov. chem. Commun. **22**, 433 (1957); vgl. diese Z. **156**, 442 (1957). — [7] Okáč, A., u. L. Sommer: Publ. Fac. Sci. Univ. Brno **1956**, Reihe E 13, No. 375. — [8] Šnajderman, S. J.: Ukrain. chim. Ž.: **19**, 327 (1953). — [9] Tananaev, N. A., u. G. A. Pančenko: Z. anorg. allg. Chem. **150**, 163 (1926); vgl. diese Z. **69**, 245 (1926).

Dozent Dr. L. Sommer, Brno, Kotlářská 2 (ČSR)

Aus dem Forschungsinstitut der Deutschen Edelstahlwerke A. G., Krefeld

Die Verwendung der Indophenolblau-Reaktion zur photometrischen Stickstoffbestimmung

Von
U. Bohnstedt

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 28. Mai 1958)

I. Einleitung

Der übliche Weg zur Stickstoffbestimmung besteht bekanntlich darin, daß die Probe mittels Schwefelsäure, erforderlichenfalls in Mischung mit Kaliumsulfat und weiteren Zusätzen, zersetzt wird; dann wird das Ammoniak durch Destillieren aus der alkalisch gemachten Lösung gewonnen. Diese Methode der Abtrennung zeichnet sich bei guter Zuverlässigkeit durch besondere Einfachheit aus und ist daher auf den verschiedensten Gebieten allgemein üblich, nur ist die gebräuchliche Bestimmung des Ammoniaks im Destillat durch acidimetrische Titration oft nicht empfindlich genug und überdies gefährdet durch Spuren von in das Destillat gelangter Natronlauge. Eine höhere Empfindlichkeit wird erreicht durch die photometrische Bestimmung, für die sich zunächst das bekannte Nessler-Reagens anbietet.

Zu Versuchen auf dieser Grundlage wurden fünf Vorschläge[2,3,7,8,9] herangezogen, die sich vor allem hinsichtlich der Reagensbereitung stark voneinander unterscheiden. Die Ergebnisse streuten ziemlich stark und alle Reagensansätze erlitten eine Alterung, die eine ständige Veränderung der Eichkurven zur Folge hatte. Schließlich (nach etwa 2 Monaten) trat eine Verzögerung der Farbentwicklung ein. Relativ am besten bewährte sich noch eine speziell für Stahlanalysen empfohlene Mischung[7], aber gerade diese ist besonders umständlich herzustellen und ihre vorgeschriebene Lagerung (3 Wochen) bei unvorhersehbar schwankenden Analysenforderungen sehr hinderlich. Dagegen läßt sich, wie im folgenden gezeigt wird, aus der weniger bekannten Indophenolblau-Methode ein zuverlässiges Verfahren entwickeln.

II. Prinzip und Ausführungsformen der Indophenolblau-Methode

Phenol gibt in alkalischer Lösung mit Ammoniak (und dessen organischen Derivaten) bei Gegenwart eines Oxydationsmittels eine intensiv blaue Färbung. Ein grundsätzlicher Vorteil gegenüber der Nessler-Reaktion ist der von der schwach gelblichen Reagenslösung gänzlich

verschiedene Farbton des Indophenolblaus. Man benötigt hier zwar anstelle der *einen* Nessler-Lösung drei Reagenslösungen, aber diese sind sehr einfach herzustellen und sofort verwendbar.

Nach Riley[5], der diese Reaktion zur Ammoniakbestimmung in Meerwasser benutzte, sollen der Probelösung nacheinander zugesetzt werden:

1) 4 ml Natriumphenolat (12,5 g Phenol und 5,4 g Natriumhydroxyd in 100 ml Wasser).
2) 2 ml Natriumhypochlorit (mit 0,9 g aktivem Chlor in 100 ml).
3) 1 ml Mangansulfatlösung (0,00024 molar).

Diese Mischung wird zur Farbentwicklung 45 min auf 70° C gehalten und dann auf 25 ml aufgefüllt.

Zur Analyse von Stählen, die neben der Untersuchung von Isolierungsrückständen auch unsere Absicht war, empfiehlt Calmettes[1] mit Rücksicht auf das beim Destillieren anfallende Volumen die Vervierfachung der Reagensmengen und Auffüllen auf 100 ml. Um die Empfindlichkeit möglichst hoch zu treiben, wurden die folgenden Versuche durchweg mit einem Endvolumen von nur 50 ml (unter Verdopplung der obigen Reagensmengen) durchgeführt. Die Destillation ließ sich so leiten, daß dieses Volumen ausreichte.

Als Testlösungen wurden Ammoniumsulfatlösungen verwendet, deren Gehalte teils durch direktes Einwägen, teils durch Zersetzen von durch genaues Einwägen hergestellten Harnstofflösungen bekannt waren. Zum Photometrieren diente das Gerät ELKO II mit Filter I 61,7. Bei einer leicht gekrümmten Eichkurve erreichten wir im Mittel eine spezifische Extinktion (je cm und je mg N in 100 ml) von etwa 2,5 und damit um etwa 40% mehr als bei der Nessler-Reaktion. Die Streuungen waren auch hier zunächst noch ziemlich groß.

Scheurer[6] empfiehlt zur Analyse organischer Substanzen bei im Endvolumen ähnlichen Reagensgehalten eine andere Reihenfolge (erst Hypochlorit, dann Phenol), worauf die Farbe in 3 min bei Raumtemperatur entwickelt werden soll. Auf diese Weise erhielten wir viel schwächere Färbungen. Die spezifische Extinktion erreichte nur etwa 0,2 und konnte auch durch längeres Stehenlassen nicht erhöht werden. Die Streuungen waren geringer, das bedeutete aber bei der wesentlich geringeren Empfindlichkeit keinen Gewinn.

Um die Bedeutung der Reagentienreihenfolge richtig beurteilen zu können, wurden verschiedene Kombinationen vorgenommen. Tab. 1 zeigt das Ergebnis dieser Versuchsreihe, bei der Reagentienkonzentration und Farbentwicklungsmethode von Riley übernommen worden waren. Da demnach Hypochlorit sowohl mit Ammoniak als auch mit Phenol in unerwünschter Weise reagiert, ist es richtiger, dem Vorschlag Rileys entsprechend zuerst Phenol zuzugeben. Zu dieser Ansicht kommt auf

Tabelle 1. *Wirkung der Reihenfolge der Reagenszugabe*
Ph = Natriumphenolat, Cl = Natriumhypochlorit, Ph + Cl = unmittelbar vor Zugabe bereitete Mischung, Mn = Mangansulfat, Ph* = Phenol nach 5 min Pause (sonst alle Zugaben unmittelbar nacheinander)

Versuch Nr.	Reihenfolge der Reagenszugabe			erzielte Färbung
	1.	2.	3.	
1	Ph	Cl	Mn	stark
2	Cl	Ph	Mn	viel schwächer
3	Cl	Ph*	Mn	keine
4	Ph + Cl	Mn	—	keine
5	Ph	Mn	Cl	ziemlich stark, gestört durch Mn^{IV}-Oxyd-hydrat

Grund ähnlicher Untersuchungen auch NOBLE[4], dessen Ergebnisse allerdings nicht im einzelnen mit unseren verglichen werden können, da seine Arbeitsweise wesentlich anders ist (ohne Zusatz von Natronlauge und von Mangansulfat) und nur ein Viertel der Empfindlichkeit erreicht.

III. Ursachen für die schwankenden Extinktionen

Um die immer wieder festgestellten Streuungen beseitigen zu können, wurden alle Faktoren untersucht, die die nach RILEY erhaltenen Extinktionen beeinflussen könnten.

a) Einfluß der Zeit

Im Anschluß an die Beobachtungen beim Verändern der Reagentienreihenfolge wurde zunächst, als Umkehrung des Versuchs 3 der Tab. 1,

Tabelle 2. *Einfluß der Pause zwischen Phenol- und Hypochloritzusatz*

Pause (Minuten)	5	10	15	20	25
Extinktion	0,235	0,236 0,236	0,241	0,245	0,230

die Wirkung einer Pause zwischen Phenol- und Hypochloritzugabe geprüft. Wie Tab. 2 zeigt, ist der Einfluß nicht erheblich, nur scheinen bei längerem Warten die Streuungen größer zu werden. Für alle weiteren Versuche legten wir diese Pause auf 5 min fest.

Tabelle 3. *Einfluß der Dauer der Erhitzung auf 70° C*

µg N in 50 ml	Extinktion nach	
	45 min	60 min
27,3	0,139	0,139
45,5	0,226	0,226
91,0	0,433	0,432

Eine Erhöhung der Erhitzungsdauer ist ohne Einfluß auf die Extinktion (Tab. 3). Danach ist die Färbung so stabil, daß selbst langes Stehen

bei Raumtemperatur (bis 15 Std) keine Veränderung der Extinktion mehr verursacht.

b) Einfluß der Temperatur

Höhere Entwicklungstemperaturen führen zu größeren Extinktionen. Die Steigerung (etwa 1% der Extinktion je Grad) ist aber nicht groß genug, um bei Verwendung eines Thermostaten (Temperaturkonstanz $\pm 0{,}2°$ C) merkliche Streuungen zu verursachen.

Der Einfluß der Temperatur *nach* der Entwicklung, auch der Temperatur beim Photometrieren, ist recht gering. Versuche, bei denen diese Temperatur absichtlich zwischen 17° und 30° C variiert wurde, haben keine über das bisher beobachtete Maß hinausgehenden Streuungen ergeben.

c) Einfluß der Reagenskonzentrationen

(Diese Messungen erfolgten natürlich gegen eine Kompensationslösung jeweils des gleichen Reagensgehaltes).

1. Natriumphenolat

Abb. 1 zeigt die Wirkung steigender Phenolatkonzentrationen. Oberhalb 0,7 g Phenol steigt also die Extinktion nahezu linear an. Wegen der schlechteren Haltbarkeit stärker konzentrierter Phenolatlösungen verzichteten wir auf die hier sichtbare Möglichkeit der Empfindlichkeitssteigerung und blieben bei der von Riley empfohlenen Menge von 1,0 g Phenol auf 50 ml. Um die genaue Dosierung zu erleichtern, änderten wir die Reagenszusammensetzung, ohne von dem äquivalenten Verhältnis Phenol zu Alkali abzugehen, ab auf 10,0 g Phenol und 4,3 g Natriumhydroxyd in 100 ml. Aus Abb. 1 läßt sich erkennen, daß ein Abweichen des Reagensvolumens von den nun erforderlichen 10 ml um 0,1 ml die Extinktion nur um 0,001 verändert. Kleine Veränderungen der Alkalität beeinflussen die Extinktion nicht.

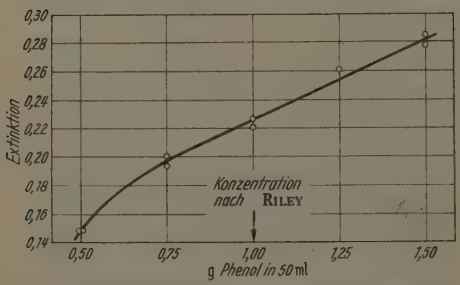


Abb. 1. Einfluß der Phenolkonzentration auf die Extinktion von 45,5 µg N/50 ml

2. Natriumhypochlorit

Abb. 2 zeigt die ganz andersartige Wirkung dieses Reagenses. Zu niedrige Zugaben verursachen neben einer im Mittel niedrigeren Extinktion bedeutend größere Streuungen. Höhere Zugaben ermäßigen die Extinktion etwas. Da sich bei einer längeren Versuchsreihe mit stark

erhöhtem Zusatz (65 mg Cl) keine größere Sicherheit ergab, blieben wir in dem von RILEY vorgesehenen Konzentrationsbereich, der auch ungefähr die maximale Extinktion bewirkt ,und verwendeten 5 ml einer Lösung von 0,7 g Cl/100 ml. Aus Abb. 2 ist zu erkennen, daß in diesem Bereich die Extinktion sich um 0,001 erst ändert, wenn das Reagensvolumen um 0,15 ml oder sein Chlorgehalt um 0,02 g/100 ml abweicht.

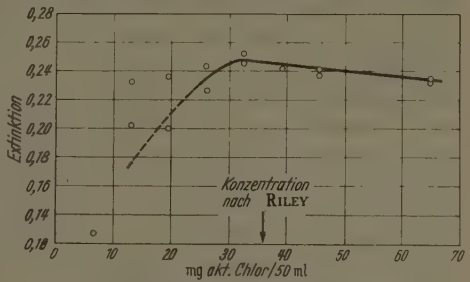


Abb. 2. Einfluß der Hypochloritkonzentration auf die Extinktion von 45,5 µg N/50 ml

Das Mangansulfat hat eine bloß katalytische Wirkung, so daß von seiner Menge kein Einfluß zu erwarten ist. Außerdem ist die Konzentration dieser Lösung mit 0,00024 Mol/l so niedrig, daß unbeabsichtigte kleine Abweichungen praktisch nichts ändern. Eine systematische Untersuchung unterblieb daher.

Die von hier ab vorgenommene exakte Dosierung der Reagentien führte zu im Durchschnitt etwas geringeren Streuungen der Extinktion. Besonders bei höheren Stickstoffgehalten kamen aber immer wieder große Schwankungen vor.

d) Einfluß von Blindwerten

Die Natriumphenolatlösung ist leicht gelblich und wird von Tag zu Tag etwas dunkler. Beim Mischen mit den anderen, farblosen Reagentien und Behandeln wie zur Stickstoffbestimmung tritt keine sichtbare Veränderung ein. Die Extinktionen solcher Blindlösungen steigen linear mit dem Phenolgehalt und sind bei gleichem Phenolgehalt sehr gleichmäßig. Nur mit wachsender Alterung der Phenolatlösung nehmen sie etwas zu, ihre Schwankungen sind jedoch im Vergleich zu den störenden Analysenstreuungen belanglos.

Auch Störungen durch Ammoniakspuren in der Luft spielen keine Rolle. Anfärbeversuche bei absichtlich hohem Ammoniakgehalt der Luft führten zu keiner nennenswerten Erhöhung der Extinktion. Wurde nicht sorgfältig destilliertes Wasser zur Herstellung der Phenolatlösung verwendet, so trat eine andersartige Störung ein: Die Phenolatlösung wurde rasch braun und ergab beträchtlich erhöhte Blindwerte. Die Störung blieb aus, wenn das Wasser unter Zusatz von Kaliumpermanganat und Natriumcarbonat ausgekocht und nochmal destilliert worden war.

e) Beeinflussung der Reaktionsgeschwindigkeit

Bei unter Verwertung der bisherigen Erfahrungen durchgeführten Versuchen zum Aufstellen der Eichkurve wurden einige Ansätze mit besonders hohem Stickstoffgehalt nach der üblichen Behandlung zur Farbentwicklung nicht dunkelblau, sondern hellgrün; ihre Extinktionen waren viel zu niedrig und stiegen nachher bei Raumtemperatur noch langsam an.

Die Geschwindigkeit der Anfärbereaktion wird hier offensichtlich durch einen noch unbekannten Faktor beeinflußt, der bei niedrigeren Stickstoffkonzentrationen zwar nicht so augenfällig sichtbar wird, aber durchaus für die unregelmäßigen Extinktionen verantwortlich sein kann. Eine bei dieser Reaktion an sich denkbare Wirkung des Lichtes, auf dessen Gleichmäßigkeit bisher nicht geachtet worden war, konnte ausgeschlossen werden durch Versuche mit absichtlich stark verschiedener Belichtung.

Tabelle 4. *Nachentwickeln der Farbe (nach Schütteln) bei Raumtemperatur*

µg N in 50 ml	Extinktion nach		
	30 min	60 min	90 min
18,2	0,099	0,099	
27,3	0,146	0,146	
45,5	0,236	0,236	
91,0	0,455	0,464	0,465
136,5	0,683	0,693	0,693
182,0	0,908	0,913	0,913

Eine überraschende Beobachtung brachte schließlich die Erklärung: Wenn ein nach Erhitzen und Abkühlen noch grüner Ansatz kurz noch einmal umgeschüttelt wurde (nach Zugabe der Reagentien, d. h. *vor* dem Erhitzen, war selbstverständlich gut durchgemischt worden), schlug die Farbe in wenigen Sekunden in das typische Dunkelblau um und die Extinktion erreichte etwa die erwartete Höhe. Nach dieser Beobachtung wurde eine Versuchsreihe mit verschiedenen Stickstoffgehalten angesetzt, in der üblichen Weise angefärbt. nach raschem Kühlen nochmal tüchtig geschüttelt und nach verschiedenen Wartezeiten photometriert. Wie Tab. 4 zeigt, ist die Anfärbung bei niedrigem Stickstoffgehalt (Extinktionen bis etwa 0,3) dann nach einer halben Stunde beendet; nach einer Stunde sind auch die höchsten Extinktionen konstant.

Da der hier beobachtete Effekt offenbar von einer Mitwirkung des Luftsauerstoffs bei der Reaktion herrührt, dessen Zutritt bei unbewegter Lösung von der Form und dem Füllungsgrad des Meßkolbens in unübersichtlicher Weise abhängt, lag es nahe, statt zu schütteln in definierter Weise Luft durch die Lösung zu leiten. Tatsächlich zeigten einige Versuche, daß die Farbentwicklung dadurch enorm beschleunigt wird. Diese Arbeitsweise ist aber, besonders wenn eine ganze Reihe Analysen gleichzeitig ausgeführt werden soll, unhandlich und bringt die Gefahr neuer Fehlerquellen mit sich.

IV. Arbeitsvorschrift

a) Reagentien

Natriumphenolatlösung: Man löst 21,5 g Natriumhydroxyd in ungefähr 400 ml Wasser, gibt 50 g Phenol dazu und füllt nach völliger Auflösung und Abkühlung auf 500 ml mit Wasser auf. Die Lösung wird bald gelblich und soll jede Woche erneuert werden.

Natriumhypochloritlösung: Käufliche Natriumhypochloritlösung ist nach jodometrischer Gehaltsbestimmung so mit Wasser zu verdünnen, daß eine Lösung mit 0,7—0,8 g aktivem Chlor in 100 ml erhalten wird. Die einmal mit dieser Lösung aufgestellte Eichkurve bleibt gültig, solange der Chlorgehalt nicht um mehr als 0,02 g/100 ml abweicht (mindestens 3 Monate).

Mangansulfatlösung: Man löst 0,0535 g $MnSO_4 \cdot 4\,H_4O$ in Wasser zu 1 Liter.

Zum Ansetzen dieser Lösungen und zu allen weiteren Operationen, auch zu den etwa vorangegangenen (Auflösen, Destillieren) ist nur ausgekochtes und nochmal destilliertes Wasser zu verwenden.

b) Ausführung

Die neutrale oder schwach saure Ammoniumsulfatlösung (höchstens 30 ml mit möglichst 0,02—0,10 mg, maximal 0,18 mg Stickstoff) wird in einem 50 ml-Meßkolben mit genau 10 ml Natriumphenolatlösung versetzt, geschüttelt und 5 min stehen gelassen. Dann gibt man 5 ml Natriumhypochloritlösung und 2 ml Mangansulfatlösung zu, füllt mit Wasser auf bis nahezu zum Kolbenhals und mischt. Zur Farbentwicklung wird 45 min auf 70° C (± 0,5) erhitzt, dann abgekühlt, bis zur Marke aufgefüllt und nochmal geschüttelt. Nach 30 min wird bei 600 mμ oder mit Glühlampe und Filter I 61,7 photometriert gegen eine Kompensationslösung gleichen Reagensgehaltes bzw. gegen eine Blindlösung, die den gesamten Analysengang durchgemacht hat. Die Kontrolle der Blindwerte durch Messen gegen Wasser soll täglich erfolgen.

Liegt die Extinktion über 0,3, so wiederholt man die Messung nach einer weiteren halben Stunde, um die endgültige Farbintensität mit Sicherheit zu erfassen. Die Färbung ist mehrere Stunden unverändert haltbar. Für niedrigere Extinktionen kann eine längere Küvette verwendet werden.

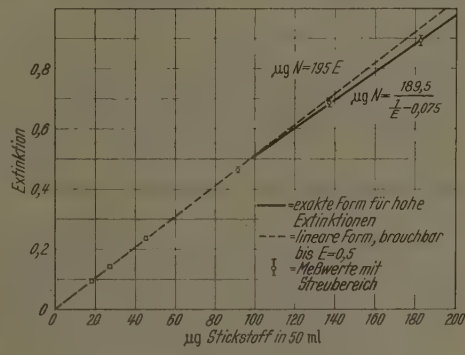


Abb. 3. Eichkurve (Filter I 61,7; Küvette 1 cm)

c) Auswertung

Die mit dieser Arbeitsvorschrift erhaltene Eichkurve ist leicht gekrümmt. Abb. 3 zeigt ihren Verlauf bei Verwendung der 1 cm-Küvette. Zahlreiche Wiederholungen bei sechs verschiedenen Stickstoffkonzentrationen führten zu den in Abb. 3 dargestellten Mittelwerten und Streuungen der Extinktionen. Aus ihnen ergibt sich, daß der Quotient

(Gehalt:Extinktion) annähernd linear mit dem Gehalt steigt; die Eichkurve (ausgezogen) läßt sich also ausdrücken durch

$$\mu g\ N/50\ ml = \frac{189{,}5}{1/E - 0{,}075}.$$

Aus der Streuung der Extinktionen folgt für die einzelne Stickstoffbestimmung ein mittlerer Fehler von 2—3% des Gehaltes. Diese Genauigkeit kann als ausreichend angesehen werden, weil die bei der Analyse erforderlichen vorherigen Operationen (Auflösen, Destillieren) ohnehin Fehler mindestens dieser Größenordnung mit sich bringen. Für kleinere Gehalte (Extinktionen unter 0,5) genügt die Berechnung nach:

$$\mu g\ N/50\ ml = 195 \cdot E \quad \text{(gestrichelte Linie)}.$$

Bei Verwendung einer längeren Küvette wird entsprechend verfahren. Mit der 5 cm-Küvette lassen sich Stickstoffmengen bis herunter zu 4 μg mit nahezu der angegebenen Genauigkeit erfassen.

Zusammenfassung

Besser als die bekannte Nessler-Reaktion eignet sich zur photometrischen Stickstoffbestimmung das Indophenolblau-Verfahren, wenn einige Punkte beachtet werden, die sich beim Suchen nach den möglichen Fehlerquellen zeigen.

Die Beständigkeit der Färbung ist sehr gut, der Einfluß der Temperatur nicht erheblich, wichtig ist das genaue Einhalten der Reagenskonzentrationen und die ausschließliche Verwendung von doppelt destilliertem Wasser. Die Hauptursache der anfangs beobachteten Streuungen ist eine Unregelmäßigkeit der Anfärbereaktion, die sich durch gründliches Durchmischen mit Luft (Schütteln) *nach* der ersten Farbentwicklung beseitigen läßt.

Die auf Grund dieser Beobachtungen entwickelte Arbeitsvorschrift ermöglicht die Erfassung von 0,005—0,2 mg Stickstoff mit einem relativen Fehler von 2—3% in 1½—2 Std. Sie ist anwendbar auf alle Substanzen, deren Stickstoffgehalt sich quantitativ in Ammoniumsulfat überführen läßt.

Literatur

[1] Calmettes, J., u. J. Drain: Rev. Métallurgie **53**, 682 (1956); vgl. diese Z. **156**, 204 (1957). — [2] Charlot, G., u. D. Bézier: Analyse Quantitative Minérale, S. 405, Masson & Cie., Paris 1955. — [3] Lange, B.: Kolorimetrische Analyse, S. 230, Verlag Chemie, Weinheim 1952. — [4] Noble, E. D.: Analyt. Chemistry **27**, 1413 (1955); vgl. diese Z. **153**, 146 (1956). — [5] Riley, J. P.: Anal. chim. Acta (Amsterdem) **9**, 575 (1953); vgl. diese Z. **144**, 203 (1955). — [6] Scheurer, P. G., u. F. Smith: Analyt. Chemistry **27**, 1616 (1955); vgl. diese Z. **151**, 436 (1956). — [7] Verein Deutscher Eisenhüttenleute: Handbuch f. d. Eisenhüttenlab., Bd. **4**, S. 111, Verlag Stahleisen, Düsseldorf 1955. — [8] Weihrich, R.: Die chemische Analyse in der Stahlindustrie, S. 129, Enke Verlag, Stuttgart 1942. — [9] Zimmermann, M.: Photometrische Metall- und Wasseranalysen, B—b 2, Wiss. Verlag, Stuttgart 1954.

Dr. U. Bohnstedt, Deutsche Edelstahlwerke A.G., Krefeld, Oberschlesienstr.16

Aus dem Laboratorium der Reymersholms Gamla Industri Aktiebolag, Hälsingborg, Schweden

Schnelle Bestimmung von Phosphor in kondensierten Natriumphosphaten

Von
S. Zechner und V. Reppestam

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 27. Mai 1958)

Die gebräuchlichsten Methoden für die schnelle Bestimmung von Phosphor in kondensierten Phosphaten sind, nach der Literatur zu schließen, die volumetrische Bestimmung nach der Fällung als Ammoniummolybdophosphat[2,11], die spektrophotometrische Bestimmung nach der Vanadomolybdänmethode[4,10] und — besonders in den letzten Jahren — die direkte potentiometrische Titration [1,3,12,14]. Da wir in unseren Laboratorien täglich eine große Anzahl Bestimmungen von Phosphor in verschiedenen kondensierten Natriumphosphaten auszuführen haben, untersuchten wir diese Methoden, ebenso wie die volumetrische Bestimmung nach der Fällung von Phosphor als Chinolinmolybdophosphat, auf Arbeitszeit und Reproduzierbarkeit der Analysenresultate.

Vor der Bestimmung des totalen Phosphorgehaltes in kondensierten Phosphaten müssen diese zuerst in Orthophosphat übergeführt werden, was meistens durch Kochen mit einer Mineralsäure geschieht. Die Kochzeiten, die in der Literatur empfohlen werden, variieren von mehreren Stunden hinab bis zu 15—30 min, was zum Teil von der verwendeten Säurekonzentration abhängig ist.

In diesem Beitrag zur schnellen Bestimmung des totalen Phosphorgehaltes berichten wir teils über eine Methode, nach der man die erforderliche Kochzeit für die Hydrolyse kondensierter Phosphate bedeutend reduzieren kann, teils über unsere Versuche zur Bestimmung des totalen Phosphorgehaltes mit der Chinolinmolybdophosphatmethode und mit der direkten, automatischen potentiometrischen Titration.

Experimentelles

1. Schnelle Hydrolyse von kondensierten Phosphaten

Einige Gramme Tetranatriumpyrophosphat, das von den kondensierten Phosphaten am schwierigsten zu hydrolysieren ist, wurden mit 20 ml konz. Salzsäure verschieden lange Zeiten vorsichtig gekocht. Um

zu bestimmen, wann die Hydrolyse vollständig war, verwendeten wir folgende Methode: Die Lösung wurde rasch gekühlt, verdünnt, mit starker Natriumhydroxydlösung auf p_H 9—10 eingestellt und nach einer papierchromatographischen Methode analysiert. Nach den Chromatogrammen zu schließen, war das Pyrophosphat bereits nach einer Kochzeit von 2 min vollständig in Orthophosphat übergeführt.

II. Bestimmung als Chinolinmolybdophosphat

Die Chinolinmolybdophosphatmethode wurde bisher für die Bestimmung von relativ geringen Mengen Phosphor in Erzen, Stahl, Schlacken und dgl. vorgeschlagen[5-9,13,15]. Die Bestimmung größerer Mengen Phosphor war bisher nach dieser Methode unmöglich, da sich die Chinolinmolybdophosphatfällung dabei zu größeren Klümpchen zusammenballte, die schwer filtrierbar waren und beim Titrieren mit Lauge oftmals unlöslich verblieben[6]. Seit kurzem bestimmt man jedoch in einem Betriebslaboratorium in Nordschweden Phosphor in hochprozentigem Apatit als Chinolinmolybdophosphat mit Hilfe der sogenannten CHIMOLAC-Fällungslösung[6].

Tabelle 1. *Standardabweichung bei verschiedenen Phosphorgehalten*

Phosphorgehalt der Probe in Prozent P_2O_5	Standardabweichung in Prozent P_2O_5	Phosphorgehalt der Probe in Prozent P_2O_5	Standardabweichung in Prozent P_2O_5
0 — 0,10	0,0010	5,00—10,00	0,029
0,10— 0,35	0,0020	10,00—20,00	0,046
0,35— 0,90	0,0046	20,00—40,00	0,09
0,90— 2,50	0,010	40,00—60,00	0,13
2,50— 5,00	0,013		

Tablle e2

Phosphorbestimmung bei Gegenwart von Na_2SO_4

Vorgelegt	Gefunden Prozent P_2O_5
0,1 g $Na_5P_3O_{10}$ techn.	56,7
0,1 g $Na_5P_3O_{10}$ techn.	56,6
0,1 g $Na_5P_3O_{10}$ techn. + 0,5 g Na_2SO_4	56,8
0,1 g $Na_5P_3O_{10}$ techn. + 0,5 g Na_2SO_4	56,7
0,1 g $Na_5P_3O_{10}$ techn. + 1,0 g Na_2SO_4	56,7
0,1 g $Na_5P_3O_{10}$ techn. + 1,0 g Na_2SO_4	56,7
0,1 g $Na_5P_3O_{10}$ techn. + 4,0 g Na_2SO_4	56,6
0,1 g $Na_5P_3O_{10}$ techn. + 4,0 g Na_2SO_4	56,6

Unsere Versuche ergaben, daß die CHIMOLAC-Methode für einfache und schnelle Betriebsanalysen geeignet ist. Die Reproduzierbarkeit der Analysen ist jedoch sehr vom Phosphorgehalt der Probe abhängig, wie aus Tab. 1 zu ersehen ist. Für die Analyse von Natriumtripolyphosphat ist die Methode nur geeignet, wenn keine genauere Reproduzierbarkeit als $\pm 0{,}2\%$ P_2O_5 gefordert wird.

Bei Gegenwart von Sulfat wird die volumetrische Ammoniummolybdophosphat-Methode nicht empfohlen[2]. Die Phosphorbestimmung nach

der CHIMOLAC-Methode wird dagegen auch bei Gegenwart von großen Mengen Na_2SO_4 nicht gestört (siehe Tab. 2).

Die Arbeitszeit für die Bestimmung von Phosphor in 6 Proben gleichzeitig ist etwa 60 min, eine einzelne Bestimmung kann man innerhalb von 15—18 min ausführen.

Lösungen

1. CHIMOLAC (Chinolinmolybdat-Aceton)-Lösung.
1 kg Natriummolybdat ($Na_2MoO_4 \cdot 2\,H_2O$) wird in 5 l Wasser gelöst und mit 2,5 l konz. Salzsäure und 1,3 l konz. Salpetersäure versetzt. 75 ml Chinolin werden in ungefähr 200 ml Salzsäure 1 : 3 gelöst und danach in die Natriummolybdatlösung übergeführt. Nach weiterem Zusatz von 6 l Wasser und Filtrieren der Lösung werden 8 Teile Lösung mit 1,85 Teilen Aceton gemischt. Diese CHIMOLAC-Lösung ist mindestens 8 Wochen haltbar.
2. Waschlösung: 0,2 m Kaliumnitratlösung.
3. Lauge- und Säure-Standardlösung: 0,5 m NaOH-Lösung und 0,5 m Salzsäure.
4. Indicatorlösung: 0,4% Phenolphthalein in 95%igem Äthylalkohol.

Arbeitsbeschreibung

4 g Probe (bei P_2O_5-Gehalten unter 40% 8 g) werden mit 20 ml konz. Salzsäure versetzt und durch vorsichtiges Kochen 2 min lang hydrolysiert. Danach wird die etwas abgekühlte Probe in einen 1000 ml-Meßkolben übergeführt und mit dest. Wasser bis zur Marke aufgefüllt. 25 ml dieser Probe werden in einen 300 ml-Erlenmeyerkolben abpipettiert und mit 15 ml konz. Salzsäure und 150 ml CHIMOLAC-Lösung versetzt, ohne die Probe dabei umzurühren oder zu schütteln. Man erhitzt nun bis zum beginnenden Kochen (bei etwa 75° C), filtriert durch ein Papiermasse*-Saugfilter (siehe Abb. 1) und wäscht 5—6 mal mit der Waschlösung. Niederschlag und Papiermasse werden mit mindestens 50 ml dest. Wasser in den reinen Kolben übergeführt und zur Feinverteilung von Fällung und Filtriermasse kräftig geschüttelt.

Die Laugenstandardlösung wird im Überschuß (2—3 ml nach Verschwinden der gelben Farbe) zugesetzt und der Überschuß mit der Säurestandardlösung gegen Phenolphthalein zurücktitriert.

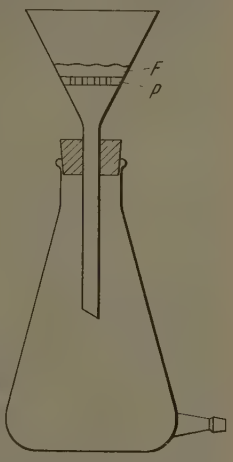


Abb. 1. Anordnung zur Filtration mittels Papiermasse-Saugfilter. *F* Papiermasse; *P* perforierte Porzellanscheibe

Berechnung

1 ml 0,5 m NaOH-Lösung entspricht 1,366 mg P_2O_5. Man findet also bei einer Einwaage von 4 g, wovon 0,1 g in Arbeit befindlich:

$$\% P_2O_5 = \text{ml } 0{,}5 \text{ m NaOH-Lösung} \cdot 1{,}366.$$

III. Direkte potentiometrische Bestimmung

Wir verwendeten für unsere Versuche einen kommerziellen, automatischen Titrationsapparat. Nachdem wir die Äquivalenzpunkte, bei welchen der Potentialsprung optimal ist, bestimmt hatten, titrierten wir bis

* Papiermasse Nr. 100 oder Nr. 3 von Grycksbo Pappersbruk, Grycksbo, Schweden, bewährte sich am besten.

zu diesen Punkten. Die Standardabweichung bei 10 Bestimmungen einer Probe techn. Natriumtripolyphosphat (etwa 56,5% P_2O_5) betrug nur 0,05%.

Vier Proben konnten innerhalb von 60 min titriert werden, wobei die Nettoarbeitszeit jedoch nur etwa 10 min betrug. Ein Laborant kann gleichzeitig zwei Apparate bedienen.

Apparatur: Radiometer Titrator TTT 1:

Lösungen:

1. 50%ige Natriumhydroxydlösung.
2. 0,5 m Natriumhydroxydlösung.

Arbeitsbeschreibung

1,5 g Probe (Natriumtripolyphosphat) werden mit 20 ml konz. Salzsäure versetzt und durch vorsichtiges Kochen 2 min lang hydrolysiert. Danach wird die Probe gekühlt, ein wenig verdünnt, mit der 50%igen Natriumhydroxydlösung auf etwa p_H 2,5 eingestellt, auf Zimmertemperatur gekühlt und zu ca. 200 ml im Becherglas verdünnt. Der Titrator wird nun für den p_H-Wert des ersten Äquivalenzpunktes, entsprechend einer vorher durchgeführten Bestimmung, eingestellt. Das Proportionalitätsband wird auf 2, und die Regelung für die Verzögerung auf 15 eingestellt. Der Zulauf wird am Magnetventil für 1 ml je 25 sec reguliert. Der Titrator, eingestellt für automatische Titration, wird gestartet, und die Bürette wieder auf Null gestellt, sobald die Titration zu Ende ist. Nun wird der p_H-Wert des gewünschten zweiten Äquivalenzpunktes eingestellt und die automatische Titrierung aufs Neue gestartet. Um die Titration zu beschleunigen, kann der Zulauf am Magnetventil geöffnet werden, bis der p_H-Wert auf etwa 6,5 gestiegen ist. Wenn die Titration abgeschlossen ist, wird der Verbrauch an 0,5 m Natriumhydroxydlösung zwischen den beiden Äquivalenzpunkten festgestellt.

Berechnung

1 ml 0,5 m NaOH-Lösung entspricht 3,549 mg P_2O_5. Man findet also:

$$\% P_2O_5 = \frac{\text{ml 0,5 m NaOH-Lösung} \cdot 0{,}3549}{\text{Einwaage in g}}.$$

Zusammenfassung

Die schnelle Hydrolyse von kondensierten Natriumphosphaten, besonders von Natriumtripolyphosphat, sowie die Bestimmung des totalen Phosphorgehaltes wird beschrieben. Die Probe wird 2 min mit konz. Salzsäure hydrolysiert, Phosphor volumetrisch nach der Fällung als Chinolinmolybdophosphat bestimmt oder direkt potentiometrisch titriert.

Bei der Bestimmung von Phosphor in techn. Natriumtripolyphosphat erhielten die Verff. eine Standardabweichung von 0,13% P_2O_5 mit der Chinolinmolybdophosphatmethode und 0,05% P_2O_5 bei der direkten, automatischen potentiometrischen Titration.

Wir danken Herrn T. Cederholm und Frl. Thyra Lindberg für die sorgfältige Ausführung der zahlreichen Versuche.

Literatur

[1] Andrews, J. T. R.: J. Amer. Oil Chemists' Soc. **31**, 192 (1954); vgl. diese Z. **145**, 311 (1955). — [2] A. O. A. C.: Methods of Analysis. S. 9, 7. Aufl. Washington 1950. — [3] A. S. T. M.: Standards on Soap and other Detergents. Designation D 501—56 T

Philadelphia 1957. — [4] BARTON, C. J.: Analyt. Chemistry **20**, 1068 (1948); vgl. auch diese Z. **135**, 225 (1952). — [5] FERNLUND, U., u. S. ZECHNER: diese Z. **146**, 111 (1955). — [6] FERNLUND, U., u. S. ZECHNER: Analyt. Chemistry, im Druck. — [7] FERNLUND, U., S. ZECHNER u. T. ANDERSSON: diese Z. **138**, 41 (1953). — [8] FERNLUND, U., S. ZECHNER u. R. OLOFSSON: Jernkontorets Ann. **140**, 386 (1956). — [9] FUCHS, W., u. O. VEISER: Arch. Eisenhüttenwes. **27**, 429 (1956); vgl. diese Z. **156**, 54 (1957). — [10] GEE, A., u. V. R. DEITZ: Analyt. Chemistry **25**, 1320 (1953); vgl. diese Z. **145**, 311 (1955). — [11] HUNDESHAGEN, F.: Chemiker-Ztg. **18**, 506 (1894). — [12] Méthodes d'Analyses du Tripolyphosphate de Sodium Technique. Comité Français de la Détergence. Paris 1957. — [13] MEYER, S., u. O. G. KOCH: diese Z. **160**, 253 (1958). — [14] VAN WAZER, J. R., E. J. GRIFFITH u. J. F. MCCULLOUGH: Analyt. Chemistry **26**, 1755 (1954); vgl. diese Z. **148**, 222 (1955/56). — [15] ZECHNER, S.: Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 159; vgl. diese Z. **159**, 141 (1957/58).

Dipl.-Ing. S. ZECHNER, Reymersholms Gamla Ind. AB, Hälsingborg (Schweden)

Aus dem Institut für theoretische Hüttenkunde und physikalische Chemie der Techn. Hochschule Aachen

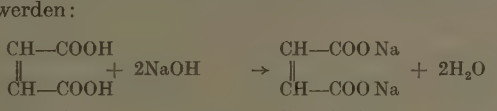
Über die titrimetrische Bestimmung von Maleinsäure und Maleinsäureanhydrid nebeneinander

Von

H. HUHN und E. JENCKEL

(Eingegangen am 31. Mai 1958)

Maleinsäure und Maleinsäureanhydrid verbrauchen bei der Titration mit wäßriger Natronlauge, wie zu erwarten, die gleiche Menge und sind daher auf diesem Wege nicht nebeneinander zu bestimmen. Titriert man jedoch mit Natriummethylat, so verbraucht die Maleinsäure doppelt so viel Methylat wie das Anhydrid. Die Reaktionen können wie folgt formuliert werden:



An das Anhydrid lagert sich also direkt $NaOCH_3$ an, wobei das Natriumsalz des Maleinsäuremonomethylesters entsteht. Die Addition erfolgt momentan und quantitativ.

Um unbekannte Mischungen aus Maleinsäure und Maleinsäureanhydrid zu analysieren, sind zwei Bestimmungen erforderlich:

1. Bestimmung der Gesamtacidität mit wäßriger Natronlauge,
2. Bestimmung mit $NaOCH_3$-Lösung.

Die Titerdifferenz beider Bestimmungen ist dem Anhydridgehalt proportional. Bezeichnen wir den Verbrauch (in Millilitern) an 0,1 n Natronlauge mit x und an 0,1 n $NaOCH_3$-Lösung mit y, so ergibt sich der Maleinsäureanhydridgehalt nach der folgenden Formel:

$$\text{Mol-\%\,Maleinsäureanhydrid, bezogen auf die Gesamtsäure} = \frac{2(x-y)}{x} \cdot 100.$$

Die Reproduzierbarkeit und Genauigkeit der Methode wurde an Hand von Mischungen, die durch Einwaage hergestellt waren, überprüft. Nachstehend sind Mittelwerte und Fehler aus jeweils 10 Bestimmungen angegeben.

Maleinsäureanhydrid					
vorgegeben	10,0	20,0	50,0	80,0	90,0%
gefunden	$10{,}1 \pm 0{,}05$	$19{,}9 \pm 0{,}09$	$49{,}7 \pm 0{,}24$	$80{,}2 \pm 0{,}31$	$90{,}2 \pm 0{,}39$

In einem uns speziell interessierenden Fall handelte es sich um die Bestimmung von Maleinsäure und Anhydrid in Mischpolymerisaten mit viel Styrol[2]. Der Gehalt an Maleinsäure insgesamt betrug 1—4%. Unter 1% war die Aufteilung in freie Säure und Anhydrid nicht mehr möglich. Da diese Präparate nicht wasserlöslich waren, konnten sie zur Bestimmung der Gesamtacidität nicht mit wäßriger Natronlauge titriert werden. Daher wurden die Präparate ein zweites Mal mit Natriummethylat titriert, nachdem sie vollständig hydrolisiert waren; man erhielt auf diesem Wege die Gesamtsäure.

Durchführung der Titration

6 g Natrium werden in 100 ml Methanol gelöst, wobei die Lösung sorgfältig vor CO_2 geschützt werden muß. Anschließend wird eine Mischung von 150 ml Methanol und 1500 ml Benzol hinzugefügt. Diese Lösung wird gegen Benzoesäure und Maleinsäure, gelöst in Methyläthylketon*, eingestellt. Das Methyläthylketon muß sorgfältig getrocknet werden; wir verwenden geglühtes Na_2SO_4 und destillieren dann über Aluminiumamalgam. Die zu untersuchenden Proben werden in 20 bis 30 ml Lösungsmittel (Methyläthylketon) gelöst und mit Phenolphthalein als Indicator versetzt. Es wird unter Stickstoff in einem verschlossenen Rundkolben titriert, durch dessen Stopfen außer dem Bürettenausfluß auch noch ein Rührer führt. Wenn gegen Ende der Titration, wie bei unseren Polymerisaten, ein Niederschlag auftritt, so kann man diesen durch nachträgliches Hinzufügen von Lösungsmittel wieder in Lösung bringen, oder man wartet unter Rühren, bis der Farbumschlag etwa 1 min beständig ist.

Zur Hydrolisierung unserer Mischpolymerisate wurden 30 g in 300 ml Aceton gelöst und unter kräftigem Rühren in 1 l dest. Wasser eingegossen. Das so erhaltene feindisperse Produkt wurde zur quantitativen Hydrolyse mehrere Stunden in Wasser erhitzt, bis vollständige Auflösung eingetreten war.

Zusammenfassung

Maleinsäure und Maleinsäureanhydrid können nebeneinander durch eine Titration mit wäßriger Natronlauge (Bildung des Natriumsalzes der

* Über die Titration von Carbonsäuren in organischen Lösungsmitteln vgl. [1] (in Benzol), [3] (in Äthylendiamin), [4] (in Alkohol-Äther).

Maleinsäure) und mit Natriummethylatlösung (Bildung des Natriumsalzes des Monomethylesters) bestimmt werden. Das Verfahren wird auf ein Mischpolymerisat aus Styrol und Maleinsäure angewendet.

Literatur

[1] Folin, O., u. F. Flanders: J. Amer. chem. Soc. **34**, 774 (1912). — [2] Jenckel, E., u. H. Huhn: Über die Verleimung von Aluminium mit carboxylsubstituierten Polystyrolen, Forsch.-Ber. Wirtsch.- u. Verk.-Min. Land Nordrh.-Westf. (im Druck). — [3] Moss, M. L., J. H. Elliott u. R. T. Hall: Analyt. Chemistry **20**, 784 (1948). — [4] Ruehle, A. E.: Ind. Engng. Chem. anal., Edit. **10**, 130 (1938).

Prof. Dr. E. Jenckel, Institut für theoretische Hüttenkunde und physikalische Chemie der Techn. Hochschule, Aachen

---

Aus dem Analytischen Laboratorium der Farbwerke Hoechst AG.

Die Bestimmung kleiner Mengen von Triphenylzinnacetat in Pflanzenmaterial

Von

Siegbert Gorbach und Rudolf Bock

(Eingegangen am 2. Juni 1958)

Einleitung

Um Rückstandsbestimmungen des Pflanzenschutzmittels Brestan auf Pflanzen durchführen zu können, war ein Analysenverfahren zur Ermittlung kleiner Mengen von Triphenylzinnacetat (Wirkstoff von Brestan) in Pflanzenmaterial erforderlich. Wie bereits beschrieben[1], kann diese Verbindung in Chloroform gelöst, durch Schütteln mit wäßriger, alkalischer Tartratlösung von Diphenylzinn (IV)- und anorganischen Zinnverbindungen abgetrennt und über eine Zinnbestimmung quantitativ ermittelt werden. Durch diesen Trennungsgang wird Tetraphenylzinn nicht entfernt, das jedoch in Brestan nur als geringe Verunreinigung vorkommt und somit die Analysenwerte nicht wesentlich erhöht.

Isolierung des Triphenylzinnacetates von Blättern

Beim Isolieren des Triphenylzinnacetates wurde absichtlich die Extraktion im Soxhlet-Apparat nicht angewandt, um Umsetzungen mit Pflanzenextrakten in der siedenden Lösung zu verhindern. Statt dessen wurden frische, unzerkleinerte Blätter kalt mit verschiedenen Lösungsmitteln extrahiert, und zwar:

a) durch wiederholtes Waschen mit einem Gemisch aus etwa 0,5 n Schwefelsäure und etwa 10% Methanol,

b) durch mehrfaches Abspülen mit Chloroform und

c) durch wiederholtes Abspülen mit Chloroform unter Zusatz von einigen ml 0,1 n NaOH-Lösung.

Die Behandlung mit Methanol-Schwefelsäure hat den Nachteil, daß Bestandteile mitextrahiert werden, die bei der folgenden Verteilung emulgierend wirken. Günstiger ist das Abspülen mit Chloroform, insbesondere unter Zusatz von NaOH, wodurch das Lösen von Diphenylzinn- und anorganischen Zinnverbindungen im $CHCl_3$ verhindert wird.

Bestimmung des Triphenylzinnacetates

Die vereinigten Chloroformextrakte werden mit einer alkalischen Tartratlösung geschüttelt, um etwa anwesende andere Zinnverbindungen zu entfernen. Dann dampft man das Chloroform ab, zerstört die organische Substanz und bestimmt das nunmehr in anorganischer Form vorliegende Zinn nach bekannten Methoden (z. B. colorimetrisch, turbidimetrisch, spektrographisch oder polarographisch). Bei unseren Versuchen verwandten wir die zuverlässige und empfindliche polarographische Methode (Sn^{IV}—Sn^{II}-Stufe in etwa 4—5 n HCl-Lösung). Mit dem vorhandenen Polarographen (Typ PO 3h der Fa. Radiometer, Kopenhagen) konnten noch etwa 2 μg Sn in 5 ml Lösung bestimmt werden.

Bekanntlich stört Blei die polarographische Zinnbestimmung in salzsaurer Lösung. Während in der Analysensubstanz vorhandenes Blei durch den beschriebenen Trennungsgang entfernt wird, kann nachträglich eine merkliche Menge dieses Elementes wieder in die Analyse eingeschleppt werden, wenn die zum Zerstören der organischen Substanz verwendete Schwefelsäure nicht völlig bleifrei ist. Diese Störung kann jedoch durch eine vorherige Blindwertbestimmung oder durch Polarographieren der alkalischen Lösung vor der Zinnbestimmung[2] berücksichtigt werden. Eine weitere Störungsquelle kann die Salzsäure enthalten, die der Lösung vor dem Polarographieren zugesetzt werden muß. Gelegentlich ist in dieser eine polarographische Stufe festgestellt worden, die einen geringen Zinngehalt vortäuscht. Nach dem Durchlaufen durch eine Ionenaustauschersäule (200 × 10 mm), die einen stark basischen Austauscher in der Cl^--Form enthält, wird die Salzsäure blindwertfrei.

Arbeitsvorschriften und Beleganalysen

Um die Brauchbarkeit der anschließend beschriebenen Arbeitsvorschrift zu prüfen, wurden auf verschiedene Blattarten bekannte Mengen Triphenylzinnacetat (bei einigen Versuchen auch Triphenylzinnchlorid oder Gemische aus Triphenylzinnacetat und Diphenylzinndiacetat) folgendermaßen aufgebracht: Einige Milligramme der Zinnverbindung wurden genau abgewogen und in einem 50 ml-Meßkölbchen mit etwas Methanol gelöst; die Lösung wurde mit 0,01 n Schwefelsäure, die ungefähr 0,1% Hostapal als Netzmittel enthielt, zur Marke aufgefüllt. Dann pipettierte man die gewünschte Menge ab, gab sie auf die Oberfläche der Blätter und verteilte sie mit einem Glasstab. Nach dem Eintrocknen der Lösung an der Luft wurden die Blätter sofort analysiert.

In mehreren Fällen wurden die Blätter mit einer bekannten Menge des Pflanzenschutzmittels Brestan (wäßrige Suspension mit 20% Wirkstoff) besprüht.

Arbeitsvorschrift

10 g der frischen Blätter werden unzerkleinert in einem 500 ml-Schütteltrichter mit 50 ml $CHCl_3$ und 3 ml 0,1 n NaOH-Lösung überschichtet und 3—4 min unter gelindem Schütteln digeriert. Das Chloroform wird dann durch ein kleines Schwarzbandfilter in einen 250 ml-Schütteltrichter filtriert. Man wiederholt die Extraktion mit zwei weiteren Chloroformportionen, die ebenfalls filtriert werden. Die vereinigten $CHCl_3$-Anteile werden mit einer Mischung aus 20 ml 0,1 n Natronlauge und 10 ml 0,5 n Dinatriumtartratlösung 2 min durchgeschüttelt. Die $CHCl_3$-Schicht wird dann durch ein Schwarzbandfilter in einen 150 ml-Erlenmeyer-Kolben filtriert und die wäßrige Phase mit wenig $CHCl_3$ nachgewaschen.

Man dampft das Chloroform unter Zusatz von 3 Tropfen konz. Schwefelsäure auf dem Wasserbad weitgehend ab, löst den öligen Rückstand in etwas Methanol und spült die Lösung in ein kurzes Reagensglas (80 mm Länge, 25 mm ∅). Der Erlenmeyer-Kolben wird dreimal mit je 2—3 ml $CHCl_3$ nachgewaschen, die Chloroform-Portionen werden mit der Methanollösung vereinigt. Nach Zusatz von 10 bis 15 Tropfen konz. Schwefelsäure vertreibt man Methanol und Chloroform auf dem Wasserbad und erhitzt den Rückstand über einer Sparflamme bis zum Verkohlen der organischen Substanz. Dann oxydiert man mit wenig Salpetersäure, erhitzt bis zum Auftreten von SO_3-Nebeln, läßt abkühlen und versetzt die gelbliche Aufschlußlösung mit einem Tropfen H_2O_2-Lösung (30%ig). Nunmehr raucht man die Schwefelsäure fast vollständig ab. Nach dem Erkalten des Aufschlußgefäßes fügt man 5 ml 4—5 n Salzsäure zu, bringt die Lösung auf Zimmertemperatur und polarographiert von −0,4 bis −0,9 Volt gegen die Hg-Bodenelektrode.

Beleganalysen

Die Ergebnisse der Blattanalysen mit bekannten Mengen des Triphenylzinnacetates (bzw. -chlorids) sind in der Tabelle wiedergegeben. In

Tabelle. *Bestimmung von Triphenylzinnacetat (I) bzw. Triphenylzinnchlorid (II) auf je 10 g Blattmaterial (III = Diphenylzinndiacetat)*

Nr.	Blattart	Extraktionsmethode	gegeben µg	gefunden I bzw. II
1	Tomate	Schwefelsre.-Meth.	63 II	59
2	Tomate	Schwefelsre.-Meth.	72 II	66
3	Tomate	Schwefelsre.-Meth.	63 II	62
4	Tomate	$CHCl_3$ + NaOH	6 I	8
5	Kirsche	$CHCl_3$ + NaOH	15 I	17
6	Tomate	$CHCl_3$ + NaOH	60 I und 80 III	59
7	Tomate	$CHCl_3$ + NaOH	30 I und 170 III	31
8	Kirsche	$CHCl_3$ + NaOH	16 I und 22 III	17
9	Holunder	$CHCl_3$ + NaOH	31 I und 45 III	34
10	Tomate	$CHCl_3$	280 Brestan	240
11	Tomate	$CHCl_3$	280 Brestan	290
12	Tomate	$CHCl_3$	100 Brestan	80
13	Tomate	$CHCl_3$	100 Brestan	110

allen Fällen wurden die gegebenen Mengen innerhalb einer Fehlergrenze von etwa 20% wiedergefunden. Die kleinste untersuchte Konzentration betrug 6 µg Wirkstoff auf 10 g Blattmaterial, d. h. 0,6 ppm (Versuch 4).

Zusammenfassung

Die Bestimmung von Triphenylzinnacetat-Spuren auf frischem Pflanzenmaterial wird beschrieben. Nach dem Lösen der zinnorganischen Verbindung in $CHCl_3$ wird Diphenylzinndiacetat und anorganisches Zinn mit wäßriger alkalischer Tartratlösung abgetrennt, die $CHCl_3$-Lösung eingedampft, der Rückstand verascht und das darin befindliche Zinn polarographisch bestimmt.

Wir danken Herrn Dr. Brückner für Überlassung der zinnorganischen Verbindungen, Herrn Dr. Staudermann für brestanbehandeltes Blattmaterial und Herrn cand. chem. H. Oeser für Hilfe bei einem Teil der Versuche.

Literatur

[1] Bock, R., S. Gorbach u. H. Oeser: Angew. Chem. **70**, 272 (1958). — [2] Vgl. z. B. I. M. Kolthoff u. J. J. Lingane: Polarography. 1. Aufl., S. 526, 586. Interscience Publ., New York 1952,

Dr. R. Bock, Hofheim/Taunus, Im Klingen 10

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

II. Analyse anorganischer Stoffe

Über die Trennung und Identifizierung von wasserlöslichen anorganischen Phosphaten durch Papierchromatographie berichtet L. C. Mitchell[1]. Der Verf. trennt die kettenförmigen Ortho-, Pyro- und Tripolyphosphate von den cyclischen Tri- und Tetrametaphosphaten mit einem Gemisch von 25 ml n-Butanol, 10 ml 7%igem Pyridin, 50 ml Aceton, 10 ml verd. Salpetersäure (1:9) und Wasser auf 100 ml als mobiler Phase. Die einzelnen Phosphate werden mit Ammoniummolybdat-Benzidin-Ammoniak als blaue Flecken sichtbar gemacht. Es sind noch 1 μg Ortho-, Tri- und Tetrametaphosphat sowie 3 μg Pyro- und Tripolyphosphat nachweisbar. — *Arbeitweise.* Je 0,001 ml einer Probelösung, die nicht mehr als 20 μg von den einzelnen Komponenten enthalten soll, werden in 9 Punkten auf Whatman-Papier Nr. 1 aufgetragen und mit der mobilen Phase $2^1/_4$ Std entwickelt. Sodann besprüht man mit Molybdatlösung (1 g $[NH_4]_2MoO_4$ + 20 ml konz. Salzsäure, mit Äthanol auf 200 ml aufgefüllt), läßt über Nacht trocknen und besprüht dann mit Benzidinlösung (0,4 g Benzidin + 10 ml Ammoniaklösung + 30 ml Wasser, mit Äthanol auf 200 ml ergänzt) zuerst vorn und hierauf rückwärts.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 1038—1050 (1957). Food a. Drug Admin., Washington D.C. (USA). G. Kainz

Arsen. 3- und 5wertiges Arsen läßt sich *durch gleichzeitiges Einleiten von Schwefelwasserstoff und Chlor*, wodurch Schwefel entsteht, in kleinsten Mengen quantitativ bestimmen. V. Brustier und G. Pitet[1] haben dieses Verfahren eingehend studiert und auf *Wasser, Wasserstoffperoxyd, Salpetersäure, Urin* und *Blut* angewandt. Zur Arsenbestimmung in *Urin* wird der Harnstoff in 25 ml Probe durch Einleiten von Chlorgas zerstört. Schaumbildung wird durch Zugeben eines Tropfens Octylalkohol verhindert. Wenn die Stickstoffentwicklung beendet

ist (Ende der Zerstörung), leitet man bei etwa p_H 1,5 15 min H_2S ein. Dann wird das Zentrifugenglas bei weiterem Einleiten von H_2S im kochenden Wasserbad erwärmt, bis nach etwa 40 min der Schwefelniederschlag abgeschieden ist. Nach dem Zentrifugieren wird der Niederschlag getrocknet, worauf man im Lichtbogen das Emissionsspektrum aufnimmt. Gleichzeitig werden die Spektra der Graphitelektroden und von Eisen aufgenommen. Zur Eichung dienen die Linien As 2349,84 Sn 2334,81 und Au 2352,65. Auf ähnliche Weise wird auch zur Untersuchung von *Blut* und anderen Flüssigkeiten verfahren, wobei man von 1 ml der Probe ausgeht und mit dest. Wasser verdünnt. Die Empfindlichkeit der Methode liegt bei 0,5 μg As in 25 ml Urin und 1 μg As/1 ml Blut.

[1] Ann. pharmac. franç. **15**, 457—461 (1957). Fac. Méd. Pharm., Toulouse (Frankreich). B. Rossmann

Die amperometrische Titration des Wismuts mit Kaliumjodid in Gegenwart von Pyramidon wird von A. K. Ždanov, V. A. Chadejev und V. Ch. Chalilova[1] im Anschluß an eine frühere Veröffentlichung[2] genauer beschrieben. Als Elektroden dienen wieder die Hg-Tropfelektrode und die gesätt. Kalomelelektrode. Titriert wird mit einer 0,35 m KJ-Lösung bei 0,5 V angelegter Spannung. Die Wismutlösung soll stark sauer sein, am besten 2,5 m schwefelsauer. Bei mehr oder weniger Säure weichen die Ergebnisse vom richtigen Wert ab. Man setzt 500 mg Pyramidon je 30 ml Lösung hinzu, doch hat die Größe des Pyramidonüberschusses keinen merklichen Einfluß auf die Resultate. Der Niederschlag hat die Zusammensetzung $Pyr.HBiJ_4$. Nur bei geringen Bi-Mengen sind die Ergebnisse zu hoch. Schaumbildung bei der Titration wird durch Zusatz von 8—10 Vol-% Alkohol unterbunden. Es ist nicht notwendig, den Sauerstoff aus der Lösung durch ein inertes Gas zu entfernen. Nitrationen dürfen bis zum 60fachen Überschuß (gegenüber Bi) zugegen sein, Cl-Ionen bis zum 50fachen, Essigsäure bis zum 100fachen. Phosphationen bis zum 45fachen Überschuß stören nicht, desgleichen sind ohne schädlichen Einfluß 50—100fache Überschüsse an Fe-, Mn-, Ni-, Co-, Zn-, Cr-, Al- und Mg-Ionen. Cd-Ionen dürfen die Konzentration des Bi nur um das 2,5fache übersteigen. Pb-Ionen stören, man fällt sie mit Schwefelsäure aus, jedoch soll die Pb-Konzentration nicht über der Konzentration des Bi liegen. — Man kann auch den anodischen Strom der J-Ionen bei 0,08 V äußerer Spannung titrieren (in Gegenwart von Gelatine), jedoch sind die erhaltenen Werte weniger genau als jene des kathodischen Bi-Stromes. — In Gegenwart von Cd wird erst Bi titriert (Konzentration der H_2SO_4 2,5 mol), dann fällt man aus einem anderen aliquoten Lösungsteil das Bi mit NH_3 und titriert zuletzt das Cd bis 1 V Spannung[2].

[1] Ž. anal. Chim. **12**, 695—698 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Zentralasiat. Lenin-Univ., Taschkent. — [2] Ždanov, A. K., V. A. Chadejev u. E. K. Makrickaja: Zavodskaja Laborat. **22**, 1286 (1956); vgl. diese Z. **156**, 438 (1957). A. v. Wilpert

Vanadium. *β-Benzoylphenylhydrazin*, das mit Mikromengen von Vanadat mit gelbgrüner Farbe reagiert, wird von A. Musil und W. Haas[1] zur colorimetrischen Vanadiumbestimmung verwendet. Die in saurer Lösung entstehende Färbung ist in Alkohol, Äther und anderen löslich, in Tetrachlorkohlenstoff und dergleichen nicht löslich. — Zur *Herstellung des Reagenses* wird zu einer abgekühlten Lösung von 2 Mol Phenylhydrazin in der 5fachen Menge Äther allmählich 1 Mol Benzoylchlorid gegeben. Durch Auskochen des filtrierten Kristallbreis mit Wasser und Umlösen mit Alkohol werden blendend weiße Prismen vom Schmelzpunkt 168° C erhalten. Für die colorimetrische Bestimmung stellt man eine 0,2%ige Lösung in einer Mischung aus 90% Aceton und 10% Eisessig her, die gegen Licht

und Luft beständig ist. Der gelb gefärbte Komplex besitzt bei 420 mμ ein deutliches und brauchbares Maximum. — Zur *Herstellung der Eichlösungen* füllt man von einer 10 μg V/ml enthaltenden Vanadatlösung 10 bis 90 ml mit Wasser auf 90 ml auf und mißt sofort nach Zugabe von 10 ml Reagens die Absorption. — Die *Bestimmung von Vanadium* wird in schwach essigsaurer Lösung durchgeführt, in der die Farbintensität des Vanadiumkomplexes beständig ist. Die Essigsäurekonzentration in der Endlösung kann bis zu 0,5 n sein. In stärker saurer Lösung sinkt die Farbintensität, während in mineralsaurer Lösung die Absorption mit steigender Normalität durchweg zunimmt. Es tritt hier kein Bereich mit konstanter Extinktion auf. Phosphorsäure stört schon in geringen Mengen, indem sie den grüngelben Komplex braun färbt. Außerdem verblaßt diese Braunfärbung in sehr kurzer Zeit. Alkali- und Erdalkalisalze stören die Vanadiumbestimmung nicht. Von den Metallen der Ammoniumsulfidgruppe müssen die gefärbten Ionen abgetrennt werden. Wolframat und Molybdat verhindern die Bildung des Vanadiumkomplexes und müssen daher ebenfalls vor der Vanadiumbestimmung abgetrennt werden. Die Reagensmenge kann 10 ml ± 10% betragen, ohne daß die Absorption des Vanadiumkomplexes verändert wird.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 803—808 Univ. Graz (Österreich). E. Förster

Vanadium(V)-oxychlorid — $VOCl_3$ — bildet in nichtwäßrigem Medium mit zahlreichen aromatischen Verbindungen, die eine phenolische Hydroxylgruppe mit benachbarter Carbonylgruppe enthalten, wie *Salicylaldehyd*, *Salicylsäure* und deren Ester, eine intensiv blau gefärbte Verbindung, die bei Abwesenheit von Wasser beständig ist. Diese Reaktion nutzen D. Cozzi und G. Raspi[1] in folgender Weise zur *spektralphotometrischen Bestimmung kleiner Mengen von Vanadium* (1—10 μg/ml) aus: Die Probenlösung, in welcher das Vanadium als Alkalivanadat enthalten ist, wird bei 100° C zur Trockne eingedampft. Man nimmt den Rückstand mit 0,2 ml einer 2%igen Lösung von Wasserstoffperoxyd in 1 n Salzsäure auf und versetzt nach Abkühlung unter Umschwenken mit 5 ml der folgenden Reagensmischung: Man leitet in Essigsäureanhydrid trockenen Chlorwasserstoff bis zu einem Gehalt von 1 Mol HCl/l ein und gibt zu 40 ml dieser Lösung 40 ml Eisessig und 20 ml Salicylsäuremethylester. Nach kurzer Zeit färbt sich die Lösung blauviolett; ihre Extinktion wird im Absorptionsmaximum bei 565 mμ gemessen; die Meßwerte folgen dem Beerschen Gesetz mindestens bis zu Gehalten von 10 μg V/ml. Eisen stört bis zu 2000fachem Überschuß nicht, ebensowenig stören Kupfer, Nickel, Cadmium, Uran und Chrom bis zu 10fachem Überschuß; größere Mengen dieser Elemente verursachen Fällungen, die vor der Messung abzentrifugiert werden. Kobalt, Molybdän und Wolfram stören wegen ihrer starken Eigenabsorption bei 565 mμ. Aluminium in mehr als 100fachem Überschuß bewirkt eine schädliche Erwärmung der Lösung beim Zusatz der Reagensmischung; in diesem Falle ist eine HCl-freie Reagensmischung zu verwenden. Alle übrigen Elemente stören nicht.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 590—596 (1957). Univ. Florenz (Italien).
H. Hartkamp

Eine Schnellmethode zur Bestimmung des Gesamtschwefels in Sulfiden, Sulfiten und Thiosulfaten, die J. Polčin[1] beschreibt, beruht auf der Oxydation der Probe mit Wasserstoffperoxyd im alkalischen Medium und auf dem Freimachen der Schwefelsäure aus den entstandenen Sulfaten mit Hilfe eines Kationenaustauschers in der H^+-Form. Die Schwefelsäure kann dann mit Lauge titriert werden, wobei der auf vorhandenes Chlorion entfallende Betrag vom Resultat abzuziehen ist. Man kann auch mit Bariumsalzlösung konduktometrisch titrieren, wobei Chlorion nicht stört. — *Ausführung.* Man löst 2 g der Probe (0,5—0,8 g S)

in Wasser zu 500 ml, versetzt 20 ml der Lösung mit 3 ml 5%iger Natronlauge und 2—3 ml 30%iger H_2O_2-Lösung, verdünnt auf etwa 40 ml und kocht 15 min. Diese Lösung (hauptsächlich NaOH und Na_2SO_4 enthaltend) durchläuft eine Säule mit einem stark sauren Kationenaustauscher (z. B. dem Austauscher Katex FN tschechoslow. Erzeugung in der Korngröße 0,2—0,5 mm), den man vorher durch 100 bis 150 ml 10%iger Salzsäure in die H^+-Form übergeführt und mit Wasser bis zur neutralen Reaktion gewaschen hat. Im Filtrat titriert man die freien Säuren mit Lauge gegen Methylorange oder Dimethylgelb als Indicator (Verbrauch a ml 0,1 n NaOH-Lösung), säuert dann mit Salpetersäure an und titriert das Chlorion mit Silbernitratlösung (Verbrauch b ml 0,1 n $AgNO_3$-Lösung). % S = (a — b) 0,0016033 · 25 · 100/n, worin n die Einwaage in g bedeutet. — Zur konduktometrischen Bestimmung neutralisiert man 20 ml des Filtrates aus der Austauschersäule mit Salzsäure und titriert mit 0,1 n $BaCl_2$-Lösung.

[1] Chem. Zvesti **11**, 494—498 (1957) [Slowakisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.) Forsch.-Inst. f. Celluloseind. Bratislava (ČSR). O. Pollak v. Emhofen

Zur Bestimmung von Schwefelverbindungen nebeneinander mit Hexacyanoferrat(III) unter Verwendung von Osmiumtetroxyd als Katalysator haben F. Solymosi und A. Varga[1] geeignete maßanalytische Methoden ausgearbeitet. *Sulfit, Hydrogensulfit, Pyrosulfit, Sulfid, Dithionit, Thiosulfat und Tetrathionat* (nach Disproportionierung in Sulfit und Thiosulfat) können in 4—5 n alkalischer Lösung in Gegenwart von Osmiumtetroxyd bei 50—60° C mit Hexacyanoferrat(III) augenblicklich quantitativ zu Sulfat oxydiert werden. Die Titration soll möglichst unter Ausschluß von Luftsauerstoff (in Stickstoffatmosphäre) durchgeführt werden. Der Titrationsendpunkt wird potentiometrisch oder nach der Deadstop-Methode ermittelt. — Zur Bestimmung von *Dithionit und Sulfit* bzw. *Dithionit und Thiosulfat* nebeneinander wird zunächst das Dithionit in schwach alkalischer Lösung (Laugenkonzentration von 0,2—1 n) bei Zimmertemperatur mit Hexacyanoferrat(III) bis zum Sulfit oxydiert (diese Titration wird auch durch die Anwesenheit größerer Mengen Thiosulfat und Thiocyanat nicht gestört). Anschließend erhöht man die Laugenkonzentration auf 4—4,5 n, gibt einige Tropfen Katalysatorlösung zu, erhitzt auf 50—60° C und setzt die Titration mit der Hexacyanoferrat(III)-maßlösung wie oben angegeben fort. — Unter Verwendung von Jod als Hilfsreagens kann eine aufeinanderfolgende Bestimmung von Sulfit und Thiosulfat, Tetrathionat und Thiosulfat sowie Dithionit, Sulfit und Thiosulfat durchgeführt werden. Die Bestimmung von Dithionit, Sulfit und Thiosulfat nebeneinander wird wie folgt ausgeführt: In der ersten Probe wird bei 1 n Laugenkonzentration und Zimmertemperatur das Dithionit bestimmt. Nach der Titration wird die Laugenkonzentration auf 4—4,5 n erhöht, sodann oxydiert man bei 50—60° C unter Verwendung von Osmiumtetroxyd anwesende Sulfit- und Thiosulfationen mit Hexacyanoferrat(III) zu Sulfat. Eine zweite Probe wird mit Jod behandelt. Dabei wird aus Dithionit und Sulfit Sulfat und aus dem Thiosulfat Tetrathionat gebildet, das wie oben angegeben bei Gegenwart von Osmiumtetroxyd mit Hexacyanoferrat(III)-Lösung titriert werden kann.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 608—609 (1957). Inst. anorg. analyt. Chem. Univ. Szeged (Ungarn). K. Machner

Sulfat. F. Burriel-Martí, J. Ramírez-Muñoz und M. L. Rexach-M. de Lizarduy[1] beschreiben eine *indirekte flammenphotometrische Methode zur Bestimmung von Sulfationen*, bei der mit bekannten Mengen Barium oder Strontium das Sulfat gefällt wird und schließlich der nicht gefällte Barium- bzw. Strontiumgehalt in

der Lösung bestimmt wird. Gemessen werden die Bariumlinie 873 mμ bzw. die Strontiumlinie 681 mμ mit einem Beckman-DU-Spektralphotometer, das mit Photozellen ausgerüstet ist. Als Heizgas dient ein Acetylen-Sauerstoffgemisch. Die Verff. diskutieren die vielfachen Störmöglichkeiten, die durch die Gegenwart anderer Anionen und Kationen bestehen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 559—569 (1957). Univ. Madrid (Spanien).
F. Rosendahl

Zur volumetrischen Bestimmung von Sulfat reduzieren S. Suzuki, K. Harimaya, N. Tsuji und N. Yamaoka[1] mit einer Lösung von Ti^{III} in Polyphosphorsäuren entweder im flüssigen Medium bei 200° C oder im festen Zustand bei 700—800° C. Der entweichende Schwefelwasserstoff wird in eingestellter Jodlösung aufgefangen und das überschüssige Jod mit Thiosulfat zurücktitriert. Ähnliche Ergebnisse werden mit Lösungen von Cr^{II}, Mn^{II}, Mo^{III} und W^{IV} in Polyphosphorsäuren erhalten. — *Ausführung.* 0,01 g des Sulfats reduziert man im CO_2-Strom entweder 15—20 min bei 200° C oder 1 Std bei 700—800° C mit 7 g des Titanpolyphosphatgemisches und fängt den Schwefelwasserstoff in zwei Vorlagen auf, die mit je 25 ml 0,1 n KJ_3-Lösung + 20 ml H_2O beschickt sind. Das überschüssige Jod titriert man mit 0,1 n Thiosulfatlösung zurück. — Zur *Darstellung des Titanpolyphosphatreagenses* für die Reduktion bei 200° C löst man 5 g Ti unter Kochen in 200 g Orthophosphorsäure (D 1,86) oder 0,3 g Ti in einem Gemisch aus 5 g Orthophosphorsäure (D 1,83) und 2,5 g Pyrophosphat. Zur Reduktion bei 700—900° C benutzt man eine Lösung von 0,3 g Titan in einer Mischung aus 5 g Orthophosphorsäure (D 1,83) mit 2,5 g Triphosphat oder 2,5 g Hexametaphosphat oder in 5 g einer Mischung aus Tri- und Hexametaphosphat (1:1). In analoger Weise werden die Lösungen von Cr, Mn, Mo und W in Polyphosphorsäuren erhalten.

[1] Bull. chem. Soc. Japan **30**, 771—774 (1957). Kinki Univ. Fuse, Osaka (Japan).
G. Denk

Die Papierchromatographie der Schwefelsäure, ihrer Salze und Derivate ist Gegenstand einer Untersuchung von H.-A. Lehmann und G. Kempe[1]. Die Trennung (R_f-Werte in Klammern) der als Ammoniumsalze aufgetragenen *Schwefelsäure* (0,05) und ihrer Ammoniakderivate — *Imidodisulfat* (0,18), *Amidosulfat* (0,36), *Imidodisulfamid* (0,52) und *Sulfamid* (0,84) — gelingt im aufsteigenden Verfahren auf Schl. & Sch.-Papier Nr. 2043a oder 2040a, das zuvor mit 0,5 n Salzsäure und Wasser gewaschen wurde, mit einem Laufmittel aus 75 ml Dioxan, 24 ml Wasser und 1 ml 25%iger Ammoniaklösung. Zur Trennung von *Sulfat* und *Trisulfimid* ist ein Laufmittel aus Isopropanol, Äthanol, Wasser und Ammoniak geeignet. Zur Trennung der als Sulfate vorgelegten *Alkalien* — Li_2SO_4 (0,59), $(NH_4)_2SO_4$ (0,44), Na_2SO_4 (0,33), K_2SO_4 (0,21), Rb_2SO_4 (0,21), Cs_2SO_4 (0,21) — benutzen die Verff. ein Laufmittel aus Isopropanol, Äthanol und Wasser (30:40:30). — Ferner lassen sich *Sulfate* von *Peroxydisulfaten, Sulfiten, Thiosulfaten* und *Polythionaten* trennen, die mit Hilfe von Testsubstanzen im Chromatogramm zu identifizieren sind. — Die getrockneten Chromatogramme werden zur Überführung der verschiedenen Schwefelsäuren und ihrer Derivate in Sulfate sowie zur Ausschaltung von Störungen (Reduktion von CrO_4^{2-}, Verflüchtigung der Halogene) 2 Std lang einer N_2O_3-Atmosphäre ausgesetzt, dann bei 100° C ausgeheizt, anschließend mit 1 m Bleinitratlösung besprüht und getrocknet. Der Bleiüberschuß wird durch Baden des Chromatogramms in gesättigter Bleisulfatlösung und nachfolgendes Waschen mit dest. Wasser entfernt. Nach dem Trocknen werden die Chromatogramme mit alkalischer Natriumsulfidlösung (2% Na_2S + 2% NaOH) besprüht, wobei die Substanzflecke als schwarzbraunes Bleisulfid sichtbar werden. — Das Verfahren

gestattet die Erkennung aller Schwefelverbindungen, die mit N_2O_3 in Sulfate übergeführt werden. Mit Sicherheit können noch 4 μg Schwefel nachgewiesen werden.

[1] Chem. Techn. **9**, 719—720 (1957). Techn. Hochsch. f. Chem., Leuna-Merseburg. H. HARTKAMP

Eine Schnellbestimmung von Selenit ist nach Versuchen von F. SOLYMOSI[1] mit Hexacyanoferrat(III)-maßlösung in Anwesenheit von Osmiumtetroxyd als Katalysator möglich[2]. Die Alkalität der 30—150 mg Selenit enthaltenden Lösung wird mit Natronlauge auf 3,5—5 n eingestellt, die Lösung wird auf 55—65° C erwärmt und nach Zugabe von 3 Tropfen 0,01 n Osmiumtetroxydlösung mit 0,1 n Hexacyanoferrat(III)-lösung titriert. Die Alkalität darf am Ende der Titration nicht unter 2,5 n, die Temperatur nicht unter 40° C sinken. Wird Kalilauge verwendet, genügt eine Alkalität von 2—3 n. Der Endpunkt wird am einfachsten mit der Dead stop-Methode oder potentiometrisch erfaßt. Es stören Ionen, welche durch Hexacyanoferrat(III) ebenfalls oxydiert werden, ferner Ammoniak, Tellurit und Tellurat. Die Genauigkeit erreicht 0,15—0,2%. Die Titration ist einfacher und rascher auszuführen als die jodometrische oder permanganatometrische Bestimmung.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 313—316 (1957) [Ungarisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Szeged (Ungarn). — [2] Siehe auch die entsprechenden Bestimmungsmethoden für Schwefelverbindungen von F. SOLYMOSY und A. VARGA: Anal. chim Acta **17**, 608 (1957); vgl. diese Z. **163**, 435 (1958). J. PLANK

Molybdän. Während Molybdän(VI) durch 8-Hydroxychinolin nur innerhalb des p_H-Bereiches 3,3—7,6 quantitativ zu fällen ist, wird nach Untersuchungen von D. V. RAMANA RAO[1] mit *5,7-Dibrom-8-hydroxychinolin* als Fällungsreagens auch in 1 n Salzsäure quantitative Abscheidung als flockiger orangegelber Niederschlag erreicht. Der Niederschlag ist nach W. W. WENDLANDT und D. V. RAMANA RAO[2] leicht zu filtrieren und auszuwaschen. Er hat die Zusammensetzung $MoO_2(C_9H_4Br_2NO)_2 \cdot \sim 2\,H_2O$. Auf der Thermowaage (Erhitzungsgeschwindigkeit 5,4° C/min) beginnt das Wasser bei 65° C zu entweichen. Zwischen 105 und 165° C liegt das wasserfreie Chelat vor. Bei 260° C beginnt rasche weitere Zersetzung und bei 560° C wird die Zusammensetzung MoO_3 erreicht. Bei der gravimetrischen Molybdänbestimmung kann man den Niederschlag im Temperaturbereich 105 bis 260° C trocknen und als $MoO_2(C_9H_4Br_2NO)_2$ wägen. Die Wägung als MoO_3 gibt zu niedrige Resultate, weil sich während des Verbrennens etwas Molybdän wahrscheinlich als MoO_2Br_2 verflüchtigt. — 5,7-Dijodoxin ist als Fällungsmittel in salzsaurer Lösung ungeeignet.

[1] Current Sci. (India) **25**, 337 (1956). Ravenshaw College, Cuttack (Indien). — [2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 525—526 (1957). Technol. College, Lubbock, Texas (USA) u. Ravenshaw Coll., Cuttack (Indien). A. KURTENACKER

Uran. *Die Absorptionsspektren von Uranchelaten mit β-Diketonen* werden von H. I. FEINSTEIN[1] im Hinblick auf die analytische Anwendbarkeit unter verschiedenen Bedingungen gemessen. Untersucht werden die Chelate mit *2-Thenoyltrifluoraceton* $\left(\text{C}_4\text{H}_3\text{S}\text{—CO—CH}_2\text{—CO—CF}_3\right)$, *2-Thenoylperfluorbutyrylmethan* $\left(\text{C}_4\text{H}_3\text{S}\text{—CO—CH}_2\text{—CO—C}_3\text{F}_7\right)$, *2-Furoyltrifluoraceton* $\left(\text{C}_4\text{H}_3\text{O}\text{—CO—CH}_2\text{—CO—CF}_3\right)$ und *2-Furoylperfluorbutyrylmethan* $\left(\text{C}_4\text{H}_3\text{O}\text{—CO—CH}_2\text{—CO—C}_3\text{F}_7\right)$. Die Spektren sind abhängig von p_H-Wert und der Menge des Reagenses. Unter optimalen Bedingungen ergibt sich für 2-Thenoyltrifluoraceton ($p_H = 5{,}5$; $\lambda = 380$ mμ) eine

molare Extinktion ε zu 20600, für 2-Thenoylperfluorbutyrylmethan ($p_H = 6{,}5$; $\lambda = 385$ mμ) zu 21400, für 2-Furoyltrifluoraceton ($p_H = 4{,}5$; $\lambda = 330$ mμ) zu 31200 und für Furoylperfluorbutyrylmethan ($p_H = 6{,}0$; $\lambda = 385$ mμ) zu 24000. Im Vergleich dazu beträgt ε bei den bekannten photometrischen Bestimmungsverfahren als Uranylthiocyanat oder Dibenzoylmethanchelat 4000 bzw. 19000. — *Arbeitsweise.* 5 ml der 7%ig salpetersauren Standardlösung (4—10 ppm) werden mit 26 ml 95%igem Alkohol, 15 ml Wasser und 1 ml 1%iger alkoholischer Reagenslösung versetzt. Die Lösung wird mit Ammoniak oder 7%iger Salpetersäure auf den entsprechenden p_H-Wert eingestellt und auf 50 ml aufgefüllt. Die Extinktion wird in 1 cm-Küvetten gegen eine gleichartig behandelte Blindprobe gemessen; das Beersche Gesetz ist nach den aus den Tabellen zu entnehmenden Werten nicht erfüllt.

[1] Microchemic. J. **1**, 237—244 (1957). Geol. Survey, Washington, D.C. (USA).
H. Specker

J. Alexa[1] gründet ein Bestimmungsverfahren für Uran auf die *manganometrische Titration des Uranperoxydes* ($UO_4 \cdot 2H_2O$). Dieses fällt quantitativ aus, wenn man eine U^{VI}-Lösung bei p_H 2—3 mit einem großen (etwa 10fachen) Überschuß an Wasserstoffperoxyd versetzt[2]. In stärker saurer Lösung ist die Fällung unvollständig, in schwächer saurer ist der Niederschlag gelatinös und läßt sich schlecht auswaschen. Urankonzentrationen von mehr als 1,5 g U im Liter werden auf 1,5 bis 3% genau erfaßt. Größere Mengen an Chloriden und besonders Sulfaten verhindern die Fällung teilweise oder ganz, die Störung kann durch Abscheidung des Urans als Diuranat vor Zugabe von H_2O_2 beseitigt werden. Störend wirken ferner Ni^{II}, Cd, Sn^{IV}, Sb^{III}, Fe^{III}, Co^{II}, Cr^{III}, Th^{IV}, Fe^{II}, PO_4^{3-}, $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $[Fe(CN)_6]^{3-}$. *Ausführung.* Man versetzt 20 ml Probe im Zentrifugierrohr mit einem kleinen Überschuß an 10%iger carbonatfreier Natronlauge, zentrifugiert 5 min mit 2000 U/min, entfernt die überstehende Flüssigkeit und löst den Niederschlag in möglichst wenig 10%iger Salpetersäure. Nach dem Neutralisieren mit 3%iger Natronlauge bringt man mit 5%iger Salpetersäure auf p_H 2—3 und fällt mit 0,5 ml 30%igem Wasserstoffperoxyd. Nach 30 min zentrifugiert man und wäscht den Niederschlag 3mal mit je 20 ml 3%iger Ammoniumnitratlösung, die man vorher mit Salpetersäure auf p_H 2—3 gebracht hat, löst dann in 20 ml Schwefelsäure (1:2) und titriert mit 0,05 n $KMnO_4$-Lösung. Der Faktor der Permanganatlösung wird auf die gleiche Art gegen salpetersaure U_3O_8-Lösungen von bekanntem Gehalt eingestellt.

[1] Chem. Listy **51**, 2254—2258 (1957) [Tschechisch]. Inst. f. Kernphysik, Akad. Wiss. Prag (ČSR). — [2] Rodden, J.: Analytical Chemistry of the Manhattan Project, New York 1950; Analyt. Chemistry **25**, 1598 (1953); vgl. diese Z. **145**, 74 (1955).
A. Kurtenacker

Fluor. Nach Versuchen von J. Čelechovský und J. Holer[1] kann eine photometrische Methode der Fluoridbestimmung auf die Messung der Farbintensität des roten Eisen(III)-antipyrinkomplexes $[Fe_2Ant_3]^{6+}$ gegründet werden. Ähnlich anderen für die Fluorbestimmung benutzten farbigen Eisen(III)-komplexen setzt sich auch der Antipyrinkomplex mit Fluorionen zu farblosem Eisen(III)-fluorokomplex um. Man arbeitet am besten bei p_H 2,00, bei höheren p_H-Werten kommt es zur Bildung basischer Eisensalze. Die maximale Farbabnahme ergibt sich in $4 \cdot 10^{-2}$ m Antipyrinlösung und einer Eisen(III)-konzentration, die abhängig von der Schichtdicke der Küvette bei 1 cm Schichtdicke $10{,}75 \cdot 10^{-6}$, bei 2 cm $5{,}70 \cdot 10^{-6}$ und bei 5 cm $3{,}15 \cdot 10^{-6}$ Mol/25 ml beträgt. Zur Ausführung der Bestimmung bringt man die neutrale Fluoridlösung mit verdünnter Salpetersäure

von p_H 2,00 auf die passende Konzentration. Alkalische Fluoridlösungen säuert man zuerst mit Salpetersäure bis nahe an p_H 2,00 an und verdünnt dann wie angegeben. Man fügt 5 ml 0,2 m Antipyrinlösung hinzu, die man durch Auflösen von 9,411 g der umkristallisierten Verbindung in ganz wenig Wasser, Versetzen mit 15,03 ml 1n Salpetersäure und Ergänzen auf 250 ml mit Wasser bereitet. Diese Lösung besitzt einen p_H-Wert von 2,00. Hierauf gibt man die nötige Menge Eisen(III)-nitrat zu und mißt die Extinktion nach 5 min bei 465 mμ gegen eine Blindlösung, die die gleichen Reagensmengen enthält. Die (nicht lineare) Eichkurve wird für Fluoridmengen von 35–300 μg in 25 ml aufgestellt. — Die Bestimmung wird von Reduktionsmitteln und Verbindungen, die stabile Komplexe mit Eisen(III)- oder Fluoridionen liefern, gestört. Bei deren Gegenwart muß der Fluorwasserstoff in üblicher Weise abdestilliert werden. Chloride und Sulfate in 100- bzw. 200fachem molarem Überschuß sind ohne Einfluß.

[1] Chem. Listy **51**, 2129—2131 (1957) [Tschechisch]. Univ. Brno/Brünn (ČSR).
H. Freytag

Kleine Mengen von Jodid lassen sich nach R. H. Stokes und L. A. Woolf[1] potentiometrisch neben dem 1000fach molaren Überschuß an Chlorid mit Silbernitrat besser bestimmen, als neben einem geringeren Chloridüberschuß. Die Verff. haben diese Verhältnisse einer näheren Untersuchung unterzogen und kommen zu dem Schluß, daß bei höheren Konzentrationen an Chloridionen offenbar komplexe $(AgCl_2)^-$-Ionen gebildet werden und dadurch die Endpunktserkennung der potentiometrischen Jodidbestimmung erleichtert wird. Die Verff. empfehlen daher bei Titrationen verdünnter Jodidlösungen (0,01 m und geringer), die noch Chlorionen enthalten, den Zusatz von Chloridionen bis zur Chloridkonzentration von 1 m und darüber.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1883—1885 (1957). Univ. New England, Armidale, N. S. W. (Australien). Klaus Brodersen

Zur Bestimmung von Jodid neben Bromid gibt L. Szekeres[1] folgendes Verfahren an. Man oxydiert Jodid mit Chlorwasser zu Jodat und zersetzt das nach Zugabe von festem Natriumhydrogencarbonat gebildete Natriumhypochlorit und Hypobromit auf dem Wasserbad mit Wasserstoffperoxyd oder Natriumoxalat, wobei das Jodat nicht angegriffen wird. Nach Ansäuern der Lösung und Zugabe von Kaliumjodid kann dann die Menge Jodat durch Titration mit Thiosulfat gemessen werden. In verdünnten Lösungen fallen die durch Reduktion mit Natriumoxalat erhaltenen Werte um 1—2% höher aus.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 320—321 (1957) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.) Agrarwiss. Univ. Budapest (Ungarn). J. Plank

Technetium kann nach C. E. Crouthamel[1] mit Thiocyanat photometrisch in μg-Mengen bestimmt werden. Grundlage des Verfahrens ist die Reduktion von Technetium(VII) mit Thiocyanat und nachfolgender Extraktion mit Äther. Der intensiv rot gefärbten Thiocyanat-Technetium(V)-komplex hat ein Absorptionsmaximum bei 513 mμ [$\varepsilon = 52200 \pm 500$, ($l\,m^{-1} \cdot cm^{-1}$) in Äther]. Rhenium gibt unter denselben Bedingungen einen gelben Komplex mit einem Maximum bei 430 mμ. Mangan(VII) bildet bei der Reduktion mit Thiocyanat keine gefärbte Verbindung. — Zur *Durchführung* dampft man die Lösung, die das Technetium als Pertechnetat enthält, auf etwa 3—4 ml ein. Sie soll nach dem Eindampfen 3—4 m an Schwefelsäure sein. Dann gibt man 0,5 ml einer 4 m wäßrigen NH_4SCN-Lösung und nach 30—45 sec 6 ml Aceton hinzu und füllt mit dest. Wasser auf 10 ml auf. Das Absorptionsmaximum ist nach 1—3 Std erreicht. Diese Lösung

kann nach Erreichen der maximalen Extinktion direkt zur Bestimmung herangezogen werden (λ max = 510 mμ; ε = 47500 $\pm$ 500). Zur schnelleren Endpunktsbestimmung wird 2mal mit je 5 ml Äther extrahiert und die Extinktion des Ätherextraktes bei 513 mμ gemessen. Bei einem Molverhältnis von Molybdän/Technetium von 4:1 beträgt der Fehler +3%. Bei größeren Gehalten von Molybdän läßt sich aus den bekannten Molarextinktionen bei 460 und 510 mμ der Mo- bzw. Tc-Gehalt leicht berechnen. Der rote Komplex ist in ätherischer Lösung gegen Oxydationsmittel sehr beständig und läßt sich mit Wasser nicht zurückschütteln; mit Zinn(II) dagegen wird er in den ebenfalls vom Verf. untersuchten gelben Tc^{IV}-Thiocyanatkomplex übergeführt. Die Arbeit enthält neben den etwas allgemein behandelten analytischen Fragen eine eingehende Betrachtung der Chemie des Technetiums und des Rheniums.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1756—1760 (1957). Argonne Nat. Lab., Lemont, Ill. (USA). H. Specker

Eisen. A. L. Underwood[1] berichtet über *eine spektrophotometrische Methode der Eisenbestimmung* mit dem neuen Reagens *Äthylendiamin-di(o-hydroxyphenylessigsäure)*, dessen Herstellung H. Kroll, M. Knell, J. Powers und J. Simonian[2] beschrieben haben. Die Reagenslösung wird hergestellt durch Auflösen von 1,8 g der obengenannten Verbindung in etwa 50 ml Wasser unter Zugabe von 6 m Natronlauge, bis der p_H-Wert 8,5—9,0 erreicht ist, dann wird auf 100 ml aufgefüllt und durch ein hartes Filter filtriert. Die Lösung ist hellgelb, dunkelt nach und soll wöchentlich frisch bereitet werden. Das Reagens bildet mit Fe^{III}-Ionen einen roten Chelatkomplex mit einer Bildungskonstanten von etwa 10^{30}. Das Absorptionsmaximum liegt bei 470 mμ und ist ziemlich breit. Der Einfluß des p_H-Wertes auf die Komplexbildung ist gering; zwischen p_H 2 und 9 sind die Meßwerte konstant. Wegen der großen Stabilität des Komplexes genügt ein sehr kleiner Reagensüberschuß zur quantitativen Bildung. Das Reagens muß der Eisenlösung vor der Pufferlösung zugegeben werden, sonst bildet sich der rotgefärbte Komplex nicht sofort aus. Die Färbung ist mindestens 8 Std beständig. Das Beersche Gesetz ist mindestens im Bereich 0—350 μg Fe/25 ml oder 0—14 ppm Fe erfüllt. Die Standardabweichung beträgt etwa 0,5%. Von Fremdelementen sind 100 mg Pb, Al, Mn, Ca und Mg ohne Einfluß auf die Bestimmung von 150 μg Fe/25 ml. 10 mg Hg zeigen noch keinen Einfluß, während U^{6+}, Th^{4+}, Cu^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Zn^{2+}, Cr^{3+} nur bis zu 1 mg zugegen sein dürfen. — *Eisenbestimmung in einer Al-Legierung* mit 0,21% Fe, die daneben noch 0,29% Cu, 1,01% Mg, 0,52% Si, 0,24% Cr und 0,04% Ti enthält. Man löst 0,1 g Probe mit Salzsäure unter Zusatz von etwas Salpetersäure, kocht auf, verdünnt auf etwa 12 ml, versetzt tropfenweise mit 6 m Natronlauge bis zum Erscheinen eines leichten Niederschlages, gibt 2 ml Reagens und 5 ml Pufferlösung zu und füllt auf 25 ml auf, filtriert und mißt gegen den Blindansatz. Die Arbeitszeit beträgt etwa 90 min.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 44—47 (1958). Emory Univ. Ga (USA). — [2] J. Amer. chem. Soc. **79**, 2024 (1957). H. Pohl

Über die Trennung von Eisen und Aluminium mit Hilfe eines Anionenaustauschers berichten I. Kulčický und F. Švácha[1]. Auf dem stark basischen Anionenaustauscher OAL[2] wird Eisen aus konzentriert salzsaurer Lösung in Form seines Anions $FeCl_4^-$ quantitativ zurückgehalten, während Aluminium, das keine entsprechenden Anionen bildet, glatt durch die Säule durchläuft. Eisen kann nach Entfernung des Aluminiums mit etwa 0,1 n Salzsäure eluiert werden. Die Adsorption an dem Austauscher kann auch dazu dienen, um technische konz. Salzsäure von vorhandenem Eisen zu befreien. — *Ausführung.* Vor der Verwendung läßt man das Harz

OAL (Korngröße 0,3—0,5 mm) 24 Std in Wasser aufquellen und füllt dann 15 ml des Austauschers in ein Glasrohr (8 mm im Durchmesser, 35 cm Höhe) ein. Die zu untersuchende salzsaure Eisen-Aluminiumlösung wird mit konz. Salzsäure auf 25 ml verdünnt. Man bringt die Lösung auf die Säule und wäscht zur Entfernung des Aluminiums mit 50 ml konz. Salzsäure (Durchlaufgeschwindigkeit 2,5 ml/min) nach. Eisen geht dabei nicht in Lösung. Es wird anschließend mit 50 ml 0,1 n Salzsäure (5 ml/min) eluiert. In den getrennt aufgefangenen Lösungen werden Aluminium und Eisen nach üblichen Methoden bestimmt. Die Austauschersäule wird für eine neue Analyse vorbereitet, indem man 50 ml konz. Salzsäure durchlaufen läßt. Die Säule zeigt nach mehr als 60 Analysen noch keine Verminderung ihrer Brauchbarkeit. Nach den mitgeteilten Beleganalysen ergeben sich bei Anwendung von 3—32,5 mg Al und 6—120 mg Fe für Eisen relative Fehler von wenigen Zehntel Prozenten, für Aluminium um 0,5—1,5% zu hohe Werte (diese Fehler führen die Verff. auf ungenügendes Glühen des Aluminiumoxyds vor dem Wägen zurück). Die vollständige Analyse dauert weniger als 1 Std. — Bei der *Reinigung von technischer 37%iger Salzsäure* mit etwa 24 mg Fe/100 ml sind bei Anwendung von 100 ml Austauscher (Säulendurchmesser 20 mm) die ersten 5 l Durchlauf (Geschwindigkeit 5 ml/min) eisenfrei; bei Anwendung von 5 l Austauscher (Säulendurchmesser 100 mm, Korngröße 0,5—1,5 mm, Geschwindigkeit 250—300 ml/min) sind die ersten 200 l Säure eisenfrei.

[1] Chem. Listy **52**, 340—342 (1958) [Tschechisch]. Werk d. 1. Fünfjahresplans Šumperk (Mähr. Schönberg) (ČSR). — [2] Siehe auch K. Liška u. L. Klír: Chem. Listy **51**, 1467, 1547, 1549 (1957); vgl. diese Z. **162**, 287/88 (1958).

A. Kurtenacker

Komplexe des Kobalt(II)-Malonats mit organischen Basen (Pyridin und Urotropin) untersuchen A. I. Čerkesov und T. S. Žigalkina[1] und empfehlen die Verwendung der Urotropinverbindung zur *mikroanalytischen Bestimmung von Kobalt*. — *Ausführung*. 5 ml der an Co etwa 0,1 molaren Lösung werden mit 1 bis 1,3 ml 0,5 m Malonsäure und 10 ml 1 m Urotropinlösung versetzt und zum Sieden gebracht. Den auskristallisierenden Niederschlag der Zusammensetzung $Co_2(C_3H_2O_4)_2 \cdot C_6H_{12}N_4 \cdot 2H_2O$ läßt man 3 Std stehen, filtriert durch eine Glasfritte, wäscht mit kleinen Mengen kalten Wassers (10—15 ml) und trocknet bei 100° C bis zur Gewichtskonstanz. Der Umrechnungsfaktor auf Co beträgt 0,2368. Der Niederschlag kann auch verascht werden und Co als Co_3O_4 gewogen werden. Die Erfassungsgrenze der Fällungsreaktion ist 0,25 μg Co. — Bei Verwendung des Co-Malonsäure-Pyridin-Komplexes (von der Zusammensetzung $CoC_3H_2O_4 \cdot C_5H_5N \cdot H_2O$) beträgt die Erfassungsgrenze 5 μg Co. Es stören nicht: Alkalien, Erdalkalien, Cu, Cr^{3+}, Mg, geringe Mengen Ni, Al u. a.

[1] Ukrain. chim. Ž. **23**, 381—383 (1957). Techn. Inst. d. Fischereiind. u. -Wirtschaft, Astrachan.

H. Wunderlich

Polarometrische (amperometrische) Bestimmung von Nickel mit Oxalendiamiddioxim(I). Nach Versuchen von M. Kuraš und J. Mollin[1] wird I in saurer Lösung an der Quecksilbertropfelektrode in 2 Stufen reduziert. Das Halbstufenpotential bei p_H 0 der ersten Diffusionsstufe liegt in wäßriger Lösung bei $E_{1/2} = -0{,}434$ V (gemessen gegen die gesätt. Kalomelelektrode). In Gegenwart von Äthanol wird es gegen negativere Werte verschoben. In alkalischer Lösung ($p_H > 9$) findet keine Reduktion statt. Die amperometrische Bestimmung kann in alkalischer Lösung bei dem konstanten Potential von — 1,14 bis — 1,20 V durchgeführt werden. Man versetzt 1—20 ml Nickelchloridlösung (0,3—0,6 mg Ni^{2+}/ml) mit dem doppelten Volumen 0,2 m NH_4Cl-Lösung, 40 ml 0,15 m NH_3-Lösung und 1 ml 1%iger Gelatinelösung, mischt nach jeder Zugabe von 0,05 m I-Lösung mit

einem mäßigen Stickstoffstrom und liest nach weiteren 3 min den Galvanometerausschlag ab. Die Ausschläge nehmen zunächst linear ab und bleiben nach Überschreiten des Äquivalenzpunktes konstant. Der Äquivalenzpunkt ergibt sich also als Schnittpunkt zweier Geraden. Die Analysenfehler betragen einige Zehntel Prozente relativ. Cu^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Co^{2+}, Cr^{2+} und CN^--Ionen stören. Die störende Wirkung von Mn^{2+}, Al^{3+}, Zn^{2+}, Pb^{2+}, Ag^+ kann durch Zugabe von Citronen- oder Weinsäure in der Konzentration 0,01 m beseitigt werden.

[1] Chem. Listy **52**, 344—346 (1958) [Tschechisch]. Pädagog. Hochsch. Olomouc (Olmütz) (ČSR). A. KURTENACKER

Die chromatographische Trennung von Nickel und Kupfer an Kationenaustauschern untersuchen A. P. KREŠKOV und E. N. SAJUŠKINA[1]. Bei Verwendung einer alkalischen Lösung von Glycerin in Wasser (5 g NaOH + 5 ml Glycerin auf 100 ml Wasser) als Eluiermittel erzielen Verff. eine quantitative Trennung des Kupfers vom Nickel mit Hilfe der Kationenaustauschertypen „SDW 2" und „SDW-3", solange die Nickelmenge nicht mehr als 40 mg Ni auf 15 g Austauscher (Säulendimensionen 50 cm Länge, 1,8 cm Durchmesser) beträgt. Größere Nickelgehalte führen zu einer nicht quantitativen Elution des Kupfers.

[1] Ž. anal. Chim. **12**, 559—560 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Mendelejev Inst. f. Chem. u. Technol., Moskau. H. WUNDERLICH

Ein schnelles Bestimmungsverfahren für Palladium, Iridium und Rhodium mit Hilfe der vergleichenden oscillopolarographischen Titration empfehlen P. BERAN und J. DOLEŽAL[1]. In 1 m Äthylendiaminsulfatlösung zeigen die Metalle auf dem kathodischen Teil der oscillographischen Kurve $dE/dt = f(E)$ charakteristische Einschnitte bei genügend unterschiedenen Potentialen (Pd — 1,1 V, Rh — 0,3 V, Ir — 0,5 und — 1,5 V, gegen die gesättigte Kalomelelektrode), so daß die Nebeneinanderbestimmung der Metalle möglich ist. Da eine gewisse gegenseitige Beeinflussung der Einschnittiefen der einzelnen Ionen stattfindet, muß man in das zweite Gefäß bei der Titration immer ungefähr die gleiche Menge der übrigen in der Probe anwesenden Depolarisatoren geben. Die Analysenfehler sind verhältnismäßig groß (± 4 bis 10%). Man kann Pd neben der 40-, 30- bzw. 10fachen Menge Pt, Ir oder Rh; Rh neben der 2-, 30- bzw. 6fachen Menge Pt, Pd oder Ir; Ir neben der 6-, 50-, 1fachen Menge Pt, Pd oder Rh bestimmen. In allen Fällen ist die 100fache Menge Au zulässig. Die vergleichenden oscillopolarographischen Titrationen erfolgen in der bereits beschriebenen Art[2]. Die zu untersuchenden Lösungen sollen in 10 ml 1 m Äthylendiaminsulfatlösung 0,1—1,2 mg Rh, 0,025—0,13 mg Rh oder 0,03—0,2 mg Ir enthalten. Die Konzentration an Au bzw. Pt soll höchstens $1 \cdot 10^{-4}$ m (Pt) bzw. $3 \cdot 10^{-4}$ (Au) betragen.

[1] Chem. Listy **51**, 2243—2246 (1957) [Tschechisch]. Univ. Prag (ČSR). — [2] BERAN, P., u. J. DOLEŽAL: Chem. Listy **51**, 1289 (1957); vgl. diese Z. **163**, 133 (1958). A. KURTENACKER

Die spektrographische Beurteilung der Abtrennung des Platins von Palladium, Rhodium und Iridium behandeln G. H. AYRES und H. J. BELKNAP[1]. Als Grundlage dient die Methode von R. GILCHRIST und E. WICHERS[2]. Bei dem im einzelnen beschriebenen Verfahren werden Pd, Rh und Ir aus der mit Natriumhydrogencarbonat gepufferten Bromatlösung gefällt, während Pt in Lösung bleibt. Für die *spektrographische Analyse* wird die das Analysenmaterial enthaltende Lösung bis auf etwa 20 ml eingedampft. Dann werden 30 μg Kobalt als Bezugselement und 100 mg Graphitpulver zugegeben und die Mischung unter einer Heizsonne eingetrocknet. Genau 10 mg der Mischung werden auf die untere 2 mm tief ausgebohrte

Graphitelektrode gebracht und oberflächlich mit etwas Lithiumcarbonat abgedeckt. Zur Anregung dient ein Gleichstrombogen von 9 A bei 60 sec Belichtungszeit mit 10 sec Vorbrennzeit. Der Elektrodenabstand beträgt 4 mm. Als Analysenlinienpaare werden folgende Linien der Platinmetalle mit der Kobaltlinie 3013, 6 Å verwendet: Pd 3027,9, Rh 3263,1, Ir 2924,8 und Pt 2998,0. Die in üblicher Weise gewonnenen Eichkurven sind gut durch Meßpunkte belegt und zeigen einen befriedigenden stetigen Verlauf. Der mittlere relative Fehler für alle Bestimmungen beträgt 5,3%.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1536—1539 (1957). Univ. Austin, Tex. (USA). — [2] J. Amer. chem. Soc. **57**, 2565 (1935); vgl. diese Z. **109**, 123 (1937).

J. van Calker

III. Analyse organischer Stoffe

2. Qualitative und quantitative Analyse

Ein Gemisch aus p-Nitrosodimethylanilin und p-Dimethylaminobenzaldehyd wird durch *reduzierende Substanzen* in neutraler, schwach saurer oder schwach alkalischer Lösung in rote Verbindungen übergeführt, die nach F. Feigl und D. Goldstein[1] zum Nachweis reduzierender Stoffe, wie *Ascorbinsäure, Gallussäure, Tannin, Mercapto- und Thioverbindungen,* oder umgekehrt zum Nachweis *aromatischer p-Nitrosamine* dienen können. p-Nitrosodiäthylanilin und p-Nitrosodiphenylamin reagieren ebenso. Mit dem Verfahren können noch nachgewiesen werden: 100 μg *Gallusäure,* 10 μg *Toluol-2,3-dithiol* oder *Penicillin,* 7,5 μg *Thioglykolsäureanilid,* 5 μg *Tannin, Thionalid* oder *Mercaptobenzthiazol,* 2 μg *Cysteinhydrochlorid* oder *Thiosalicylsäure,* 1 μg *Ascorbinsäure* oder *Thioglykolsäure,* 0,3 μg *p-Nitrosodiphenylamin* und 0,1 μg *p-Nitrosodimethylanilin* oder *-diäthylanilin.* Primäre aromatische Amine, Verbindungen mit aktiven CH_2-Gruppen und Hydrazin stören. — *Ausführung.* Einen Tropfen der Probelösung bringt man auf das Filtrierpapier (Whatman 120, getränkt mit einer Lösung von 0,2 g Nitrosodimethylanilin und 1 g p-Dimethylaminobenzaldehyd in 100 ml Äthanol; an der Luft getrocknet) und erwärmt das Papier 3—5 min auf 100° C. Die gelbe Farbe des Reagenses wird durch nicht zu geringe Mengen der reduzierenden Substanz rot oder rotbraun. Bei sehr geringen Mengen legt man das getrocknete Papier in Wasser; auf dem weißen Papier erscheinen dann rote Flecken oder Ringe. Sehr saure Probelösungen neutralisiert man mit $CaCO_3$. Wenn in Pflanzensäften Ascorbinsäure neben viel Tannin ermittelt werden soll, fällt man dieses mit Brechweinstein aus. — Zum Nachweis von Aminen versetzt man 1 Tr. der Probelösung in einem Mikroreagensglas mit 1 Tr. einer 1%igen Lösung von p-Dimethylaminobenzaldehyd in Eisessig und einigen Milligrammen Ascorbinsäure und erwärmt die Mischung im siedenden Wasserbad. Je nach dem Gehalt erscheint sofort oder nach 1—2 min eine violette oder rosa Färbung.

[1] Microchemic. J. **1**, 177—181 (1957). Lab. Prod. Mineral, Rio de Janeiro (Brasilien). G. Denk

Zur Mikrobestimmung sekundärer aliphatischer Amine hat D. J. Morgan[1] die früher veröffentlichte Methode[2] soweit abgeändert, daß selbst größere Mengen primärer und tertiärer Amine nicht wesentlich stören. — *Arbeitsweise.* Die Probe mit etwa 1—10 Mikroäquivalenten des sekundären Amins wird in einem 100 ml-Becher mit 7—8 ml Eisessig gelöst. Man stellt den Becher in ein Wasserbad von 50 ± 5° C, fügt 5 ml gesättigte Natriumnitritlösung hinzu, mischt gut durch, läßt das Reaktionsgemisch noch 1—2 min bei 50° C stehen, kühlt ab (Eiswasser) und gibt dann 10 ml 60%ige Natronlauge zu. Die erhaltene Lösung wird mit dest.

Wasser auf etwa 40 ml verdünnt und mit insgesamt etwa 15 ml Hexan einige Minuten kräftig geschüttelt. Man wiederholt die Extraktion der wäßrigen Phase noch 2mal mit je 15 ml Hexan, verdünnt dann die vereinigten Hexanextrakte auf 50 ml und mißt die Extinktion der erhaltenen Lösung bei 235 mμ gegen reines Hexan. An Hand einer Eichkurve wird ausgewertet. Für die Amine vom Di-n-propylamin bis zum Di-n-hexylamin genügt eine Eichkurve. Auch Diäthylamin kann mit einem etwas größeren Fehler auf Grund derselben Eichung bestimmt werden. Auf Dimethylamin ist die Methode nicht anwendbar.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 104—110. British Nylon Spinners Ltd., Pontypool, Monmouthshire (England). — [2] CLARK, S. J., u. D. J. MORGAN: Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 966; vgl. diese Z. **154**, 60 (1957). K. MACHNER

Bestimmung von Essigsäureanhydrid. In einer kritischen Würdigung der bekannten Bestimmungsverfahren kommen JE. N. NOVIKOVA und L. N. PETROVA[1] zu dem Schluß, daß die einfachsten und genauesten Verfahren jene sind, in welchen das Anhydrid hydrolysiert wird, wonach man das bei der Hydrolyse verbrauchte Wasser durch Titration bestimmt. Man kann die Hydrolyse in Gegenwart basischer (Pyridin) oder auch saurer Katalysatoren (BF_3, H_2SO_4) durchführen. Auf dieser Grundlage werden 2 Verfahren entwickelt. — *1.* 1,5—2 g Essigsäureanhydrid werden zu 3—4 ml Pyridin gegeben; man fügt Wasser in 20—25%igem Überschuß hinzu und erhitzt am Rückflußkühler $^1/_2$ Std auf 60—70° C (Blindprobe mit Pyridin allein). Dann kühlt man ab und titriert das Wasser mit FISCHERS Reagens. Berechnung: Prozente Essigsäureanhydrid $= 5{,}67\,[a—(b—c)d].\,100/H$ (a Einwaage Wasser, b und c = Milliliter Fischer-Reagens in Probe und Blindversuch, d Titer des Fischer-Reagenses ausgedrückt in Gramm Wasser, H Anhydrid-Einwaage). Bei diesem geringen Wasserzusatz ist NaJ-Zusatz nicht erforderlich. — *2.* 1—1,5 g Essigsäureanhydrid (bei geringem Gehalt größere Einwaage) werden mit 8—10 ml Essigsäure versetzt, die 0,2—0,3% konz. H_2SO_4 und 0,3—0,6% Wasser enthält. Man setzt Wasser in 20 bis 25%igem Überschuß hinzu, läßt 5 min bei Zimmertemperatur (nicht unter 18 bis 20° C) stehen und titriert dann mit FISCHERS Reagens; Blindkontrolle erfolgt mit der Essigsäure (+ H_2SO_4) allein. Diese Reaktion verläuft viel rascher als die Hydrolyse in Gegenwart von BF_3 (2 Std Erhitzen und viel Katalysator). Die Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung mit den berechneten Werten.

[1] Ž. anal. Chim. **12**, 534—539 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus. fass.) Forsch. Inst. f. synthet. u. natürliche Duftstoffe, Moskau. A. v. WILPERT

Über die Bestimmung der Amide von Carbonsäuren durch Verseifung berichten B. V. JOFFE und Z. I. SERGEJEVA[1]. Bei der Verseifung der Amide durch Alkalien entstehen (neben dem Säureanion) aliphatische Amine, die auf Indicatoren vom Typ Phenolphthalein nicht einwirken, wenn in alkoholischen Lösungen titriert wird. Es ist daher nicht notwendig, die Amine vor der Titration abzudestillieren. Für die Durchführung der Bestimmung werden 2 Varianten empfohlen: *A. Leicht verseifbare Amide* werden in Mengen von etwa 5 mg-Mol Amid mit 20 ml 0,5 n alkoholischer Kalilauge $1^1/_2$—2 Std heiß verseift, danach titriert man den bei der Verseifung nicht verbrauchten Laugenanteil mit einer 0,5 n alkohol. Lösung von Essigsäure in Gegenwart von Thymolphthalein zurück. — *B. Schwieriger verseifbare Amide* werden in Mengen von 8—10 mg-Mol mit 20 ml 1 n KOH-Lösung in Äthylenglykol 3—4 Std verseift. Dann wird wie oben mit alkohol. Essigsäure zurücktitriert. Wenn die Reaktionsmassen, wie dies oft vorkommt, eine dunkle Färbung annehmen, empfiehlt es sich, die Rücktitration potentiometrisch mit einer Glaselektrode durchzuführen. Längeres Sieden bei der Verseifung empfiehlt sich nicht, da es das Glas

angreift (Blindbestimmungen sind notwendig). Der Titer der alkohol. Essigsäurelösung bedarf einer häufigen Nachprüfung. — Formamid und dessen Homologe lassen sich mit einem Fehler von 1% nach A gut titrieren. Höhere sek. Formamide verlangen eine Verseifung mit 1 n (statt 0,5 n) Alkali. Höhere tert. Formamide können nach diesem Verfahren nicht gut verseift werden. Nach B können prim. u. sek. Amide der Essigsäure vollständig verseift werden, ebenso N,N-Dimithylamide, tert. Amide jedoch viel schwieriger. Daher kann keine allgemeine Verseifungs- und Bestimmungsmethode für alle Amide entwickelt werden. Verseifbare Ester und Nitrile stören die Bestimmung. Nitrosamine (Amide der HNO_2) und höhere tert. Amide (ausgenommen N,N-Dimethylamide) werden durch äthanolisches Alkali praktisch nicht verseift. Daher ist das vorgeschlagene Verfahren für die Bestimmung der Formamide in Gegenwart von Nitrosaminen und höheren tert. Amiden in einigen Spezialfällen praktisch von Wert. Enthält die Prüflösung freie Säuren, so bestimmt man sie durch vorherige Titration mit alkohol. Alkalilösung und Thymolphthalein. Hierbei werden Aminsalze auch wie Säuren titriert, während freie Amine nicht mittitriert werden, so daß das Verfahren auch zur Bestimmung von Amiden in Gegenwart freier Amine geeignet ist.

[1] Ž. anal. Chim. **12**, 540—544 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Ždanov-Univ. Leningrad. A. v. Wilpert

Die Bestimmung von Oxyalkylengruppen in Glykolen und in Glykol- und Polyglykoläthern und -estern gründen S. Siggia, A. C. Starke jr., J. J. Garis jr. und C. R. Stahl[1] auf die Umsetzung mit Jodwasserstoffsäure, wobei je (CH_2CH_2O)-Gruppe über die Dijodverbindung (JCH_2CH_2J) als Zwischenprodukt 1 Molekül Äthylen oder Propylen und 1 Molekül J_2 entstehen. Das frei gewordene Jod wird mit Thiosulfatlösung titriert. Das Verfahren liefert für 1,2-Dihydroxyverbindungen [*Äthylenglykol, Propylenglykol, Polypropylenglykol, Polyäthylenglykol (Carbowax 400), Diäthylenglykolmonobutyläther (Butylcarbitol), Diäthylenglykolmonomethyläther (Methylcarbitol), Stearinsäureester von Polyäthylen- oder Polypropylenglykol* usw.] gute Resultate. Für die Bestimmung von Stoffen mit mehr als 2 OH-Gruppen (Glycerin, Dextrose usw.) oder auch von Verbindungen mit 2 nicht benachbarten OH-Gruppen (z. B. 1,4-Butandiol) ist das Verfahren nicht geeignet. — *Ausführung.* Die verwendete 55—58%ige Jodwasserstoffsäure soll etwas freies Jod enthalten, da dies niedrige Blindwerte und genaue Resultate bewirkt. 5 ml der Säure sollen aber nicht mehr als 10 ml 0,1 n Thiosulfatlösung verbrauchen. Man setzt eine Probenmenge, die 0,001—0,002 Molen der Oxyalkylengruppe entspricht, in einem Rundkolben tropfenweise zu 5 ml der Jodwasserstoffsäure, setzt den Schliffkühler auf den Kolben und leitet durch einen Seitenarm einen CO_2-Strom (1—5 Blasen/sec) ein. Nach Luftverdrängung wird erhitzt und vorsichtig 90 min gekocht. Gleichzeitig wird ein Blindversuch angesetzt und ebenso behandelt. Vorteilhaft ist es, das CO_2-Gas aus derselben Flasche in Probe und Blindversuch einzuleiten, da zuweilen Sauerstoff enthalten sein kann, der dann im Blindversuch erfaßt wird. Nach 90 min läßt man durch den Kühler 15 ml 20%ige Kaliumjodidlösung zulaufen, um etwa angesetzte Kristalle von Jod aufzulösen. Dann wird noch 2 mal mit 10 ml Wasser nachgewaschen und der gesamte Kolbeninhalt in einen Erlenmeyer-Kolben gegeben. Man titriert anschließend mit 0,1 n Thiosulfatlösung bis zum Verschwinden der Jodfärbung. Etwa entstandene Ausscheidungen lassen sich in Methanol lösen und das eingeschlossen gewesene Jod wird wieder mit 0,1 n Thiosulfatlösung titriert.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 115—116 (1958). General Anilin & Film Corp., Easton, Pa. (USA). B. Rossmann

Über die Anwendung der Formazanreaktion auf dem Gebiete der Kohlenhydratchemie, insbesondere auch über ihre Verwendung in der analytischen Chemie der Zuckerarten gibt L. MESTER[1] einen zusammenfassenden Bericht mit 35 Hinweisen auf eigene und fremde Untersuchungen.

[1] Österr. Chemiker-Ztg. **58**, 289—303 (1957). Budapest. A. KURTENACKER

Die Analyse von Reaktionsgemischen chlorierter Benzole läßt sich nach R. A. TROUPE und J. J. GOLNER[1] schnell und einfach auf Grund der *Dichtebestimmung* durchführen. Das Verfahren eignet sich zur laufenden Kontrolle des Chlorierungsprozesses von Benzol. Man entnimmt in regelmäßigen Abständen jeweils 250 ml-Proben aus dem Reaktionsgefäß, neutralisiert den gelösten Chlorwasserstoff mit 10%iger Natronlauge und bestimmt anschließend die Dichte der erhaltenen neutralisierten Lösungen bei 50° C. Bei konstanten Reaktionsbedingungen entspricht die Dichte immer einer bestimmten Zusammensetzung des Reaktionsgemisches. Um die Zusammensetzung der Reaktionsgemische für die jeweiligen Dichten zu ermitteln (zum Aufstellen der Standardkurve), werden jeweils 10—40 μl der neutralisierten Proben mit Hilfe der *Gasphasenchromatographie* in ihre einzelnen Komponenten zerlegt, die dann beim Austritt aus der Säule [bepackt mit einem Gemisch aus Kieselgur und Dinonylphthalat (80:20)] auf Grund der thermischen Leitfähigkeit quantitativ bestimmt werden. Als Trägergas dient Helium. Es wird bei 150° C mit einer Fließgeschwindigkeit von 250 ml/min eluiert.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 129—131 (1958). Northeastern Univ., Boston, Mass. (USA). K. MACHNER

α- und β-Naphthole. Nach einer Übersicht über verschiedene Methoden zur Analyse der Naphthole geben D. M. HERCULES und L. B. ROGERS[1] eine *fluorimetrische Bestimmungsmethode für α- und β-Naphthol* in Gemischen an. Von der festen Probensubstanz wird eine solche Menge in einem Gemisch aus 20% Alkohol, 20% 1 n Natriumhydroxyd und 60% Wasser gelöst, daß sich eine Konzentration zwischen 10^{-5} und 10^{-4} m einstellt. Liegt eine alkoholische Probenlösung vor, so werden dieselben Prozentgehalte an Alkohol, Natriumhydroxyd und Wasser eingestellt. Die Lösungen werden kräftig geschüttelt und auf Zimmertemperatur gebracht. Die Fluorescenz der Probenlösung wird gegen eine 3 ppm Chininbezugslösung gemessen. Die anregende Wellenlänge von 365 mμ wird mit einem Bausch & Lomb-Gittermonochromator ausgefiltert. Die Fluorescenzstrahlung wird mit einem Beckman-Spektralphotometer gemessen und zwar bei 470 mμ für Chinin, bei 480 mμ für α-Naphthol und bei 426 mμ für β-Naphthol. Die Verff. geben Eichkurvenscharen für den Bereich von 0—120 μMol α-Naphthol und β-Naphthol wieder, da sich die beiden Komponenten gegenseitig beeinflussen. Außerdem wird gezeigt, daß für reine α- bzw. β-Naphthollösungen die Fluorescenzstrahlung bei höheren Konzentrationen wieder abnimmt. Naphthalin, 2-Chlornaphthalin, Naphthalinsulfonsäure -(2) in 30fachem Überschuß sowie 32%iger Alkohol bewirken keine Störung der Analyse. Weiter wird der Einfluß des p_H-Wertes, der Zeiteffekt, der Einfluß einer langen Ultravioletbestrahlung, der anregenden Wellenlänge, des Sauerstoffs und der Temperatur diskutiert. Die Nachweisempfindlichkeit kann gesteigert werden, wenn man die Messung bei tiefen Temperaturen (flüssiger Stickstoff) durchführt.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 96—99 (1958). Inst. Technol. Cambridge, Mass. (USA). F. ROSENDAHL

Polarographische Bestimmung der Aldehyde der Pyridincarbonsäuren. J. VOLKE[1] stellt auf Grund einer ausführlichen Untersuchung der Reduktion der drei isomeren Aldehyde an der Quecksilbertropfelektrode fest, daß sich die Aldehyde in

gepufferten Grundelektrolyten von p_H 6—7 (Britton-Robinson-Puffer) in Konzentrationen von $0{,}5 \cdot 10^{-4}$ m bis $3 \cdot 10^{-3}$ m bestimmen lassen. Die Halbstufenpotentiale der 3 Isomeren sind genügend voneinander unterschieden. Sie betragen bei p_H 4 für 4-Formylpyridin (4-Fp) —0,35 V bis —0,49 V, für 2-Fp —0,56 V, und für 3-Fp —0,79 V (gemessen gegen die Normalkalomelelektrode). Bei 4-Fp und 2-Fp erniedrigen sich die Halbstufenpotentiale mit steigendem p_H-Wert linear um mehr als 75 m V/p_H-Einheit, bei 3-Fp nur um 62 m V/p_H-Einheit. Depolarisatoren von negativen Halbstufenpotentialen stören nicht. Man kann 2-Fp und 3-Fp oder 4-Fp und 3-Fp nebeneinander bestimmen, dagegen ist es nicht möglich, 2-Fp und 4-Fp nebeneinander oder alle 3 Isomere gleichzeitig zu bestimmen. Will man die Aldehyde und Isonicotinsäure (ggf. Cinchomeronsäure) nebeneinander ermitteln, so müssen die Eichkurven der Säuren mit Lösungen aufgestellt werden, die die gleichen Mengen Aldehyd enthalten wie die Proben. An Stelle der gewöhnlichen Polarographie kann auch die oscillographische Polarographie angewendet werden.

[1] Chem. Listy **52**, 16—24 (1958) [Tschechisch]. Polarogr. Inst., Akad. Wiss. Prag (ČSR). A. KURTENACKER

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Die Bestimmung von Ameisensäureestern in Essenzen und Aromen kann nach E. E. VONESCH und O. A. GUAGNINI[1] ausgeführt werden, indem man die rote Färbung von Eisenformhydroxamat colorimetrisch ausnutzt. Als Formylzahl wird die Formylmenge definiert, die in der 1000fachen Probemenge vorhanden ist. — *Ausführung.* Zu 10—50 mg Probe mit etwa 100—250 μg Formylester werden 0,5 ml Hydroxylaminhydrochloridlösung (siehe unten) und 0,3—0,4 ml 1 n Ammoniak, wobei die Farbe des Phenolphthaleins erscheinen soll, gegeben. Nach 10 min wird nach etwaiger Entfärbung noch etwas Ammoniak zugetropft, die Lösung mit 4 ml Eisen(III)-perchloratlösung (siehe unten) versetzt und mit 95%igem Alkohol auf 10 ml aufgefüllt. Man mißt die Absorption bei 320 mμ im Universal-Coleman-Spektrophotometer gegen eine Blindprobe. Bei 18 von 20 untersuchten Proben liegt der Fehler zwischen +5,5 und —6,5%. Die Grenzkonzentration wird mit 5:1000000 angegeben. — *Hydroxylaminhydrochloridlösung.* Man löst 7 g Salz in 85 ml 70%igem Äthanol, fügt 8—10 Tropfen einer 0,5%igen, alkoholischen Phenolphthaleinlösung hinzu, macht mit 40%iger Natronlauge alkalisch, neutralisiert genau mit verd. Salzsäure und füllt mit Wasser auf 100 ml auf. — *Eisen(III)-perchloratlösung.* 0,8 g Eisenoxyd werden in 10 ml 70%iger Perchlorsäure gelöst. Nach Zugabe von 10 ml Wasser füllt man auf 100 ml mit Äthanol auf. 5 ml dieser Lösung und 10 ml 70%ige Perchlorsäure werden vermischt und mit Alkohol auf 100 ml verdünnt.

[1] An. Asoc. quím. argent. **45**, 84—90 (1957); Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 1—8. Univ. von La Plata (Argentinien). E. FÖRSTER

Zur colorimetrischen Bestimmung kleiner Mengen organischer Phosphorhalogenide, Säureanhydride und acylierender Agentien empfehlen S. SASS, W. D. LUDEMANN, B. WITTEN, V. FISCHER, A. J. SISTI und J. I. MILLER[1] *Diisonitrosoaceton* als Farbreagens. Diisonitrosoaceton (1,3-Dihydroximino-2-propanon) reagiert mit den genannten Substanzen in alkalischer Lösung (p_H 8,4) unter Bildung einer intensiv roten Farbverbindung mit Absorptionsmaxima bei 486 und 580 mμ. — *Ausführung der Farbreaktion.* 1 ml der Probenlösungen mit 5—60 μg der zu analysierenden Verbindungen [Sarin (Isopropylester der Methylfluorphosphorsäure) und

DFP (Isopropylester der Isopropylfluorphosphorsäure) werden in trockenem 2-Propanol gelöst, TÄPP (Tetraäthylpyrophosphat), Benzolsulfonylchlorid, 5wertige Phosphorchloride und andere leicht hydrolysierbare Verbindungen in Benzol, Phthalsäureanhydrid in Aceton] werden in der Photometerküvette mit 1 ml 0,4% iger wäßriger Diisonitrosoacetonlösung versetzt. Man mischt gut, gibt 3 ml Pufferlösung p_H 8,4 zu (als Pufferlösung kann ein Gemisch aus 500 ml 0,1 m Borsäure und 17 ml 0,5 m Natronlauge oder eine frisch bereitete 2% ige Natriumhydrogencarbonatlösung verwendet werden), verrührt, läßt das Reaktionsgemisch 7 min im Dunkeln stehen und mißt dann die Extinktion der erhaltenen Farbsalzlösung bei einer der oben genannten Wellenlängen. [An Stelle der gepufferten Diisonitrosoacetonlösung kann auch die Lösung der beständigeren Monoaminsalze (z. B. Monodibutylamin- oder Monoguanidindiisonitrosoaceton) verwendet werden.] An Hand geeigneter Eichkurven wird ausgewertet. Im genannten Konzentrationsbereich folgen die Kurven dem Beerschen Gesetz. Nachstehend sind die Erfassungsgrenzen (μg/4 ml Endlösung) der untersuchten Verbindungen angegeben: Tabun (Äthylester der Cyandimethylaminphosphorsäure) 1, Sarin 1, DFP 1, TÄPP 2, Methylphosphordichlorid 2, Phosphoroxychlorid 2, Phthalsäureanhydrid 10, N-Bromosuccinimid 1, Benzolsulfonylchlorid 2, Benzoylchlorid 2, Paraoxon 15 und Parathion 25 (die beiden letztgenannten Verbindungen benötigen zur maximalen Farbentwicklung eine längere Reaktionsdauer).

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1346—1349 (1957). Chem. Warfare Labs., Md. (USA). K. Machner

Mit der Bestimmung von Mononitrothiophen und Dinitrothiophen in Nitrobenzol befassen sich W. Leibmann und J. T. Woods[1]. Wie V. Meyer und O. Stadler[2] fanden, gibt Dinitrothiophen mit Alkohol und Lauge eine violette Farbreaktion. Die Verff. entwickeln diesen Test zu einer quantitativen Bestimmung von Dinitrothiophen. 2,4- und 2,5-Dinitrothiophen geben dieselbe Farbreaktion. Mononitrothiophen muß vorher durch Nitrierung in das Dinitroderivat übergeführt werden. Nitrobenzol sowie Dinitrobenzol stören nicht. Die Genauigkeit der Bestimmung beträgt im Bereiche von 5—500 ppm $\pm 3\%$ relativ. — *Bestimmung von Dinitrothiophen.* Zu 5,0 ml Nitrobenzolprobe werden 5 ml Äthanol und 0,2 ml 0,1 n Natronlauge hinzugefügt. Man schüttelt 15 sec und mißt die Extinktion bei 540 mμ. Der Betrag an Dinitrothiophen wird an einer Eichkurve, die mit Probelösungen von 5, 10 und 20 ppm hergestellt wird, abgelesen. — *Nitrierung von Mononitrothiophen.* Zu 20 ml Probe in Nitrobenzol werden 10 ml rauchende Salpetersäure hinzugefügt und 15 min bei Raumtemperatur stehen gelassen. Dann gibt man unter Eiskühlung 50 ml Wasser hinzu, überführt die Lösung in einen Scheidetrichter, zieht die Nitrobenzolschicht ab, wäscht sie 2 mal mit 25 ml Wasser, trocknet mit wasserfreiem Natriumsulfat und bestimmt den Gehalt an Dinitrothiophen.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1845—1846 (1957). Amer. Cyanamid Co., Bound Brook, N.J. (USA). — [2] Ber. dtsch. chem. Ges. **17**, 2780 (1884). G. Kainz

Die Analyse aromatischer Sulfonierungsgemische (SG) beschreiben W. H. Houff, D. R. Christie und R. H. Beaumont[1]. — *Arbeitsweise.* Man bringt 5 g trockenes Dowex 50-Harz (50—100 mesh) in eine Austauscherröhre von etwa 300 mm Länge und 13 mm ⌀, gießt 15 ml 4 n Salzsäure auf die Kolonne und wäscht anschließend so lange mit dest. Wasser nach, bis dieses mit einem p_H-Wert von 4,5 oder höher austritt. Dann löst man eine etwa 4 mÄqu. entsprechende Menge SG in 20 ml Wasser, fügt einen Überschuß von 0,2 n Bariumhydroxydlösung zu, digeriert 30 min auf dem Wasserbad und filtriert dann durch ein gehärtetes Filter direkt auf die Dowex-Säule. Man wäscht den Sulfatniederschlag

noch 3 mal mit je 15 ml Wasser und sammelt die Durchläufe, bis die letzten Tropfen p_H 4,5 oder darüber zeigen. Nun titriert man die vereinigten Eluate mit 0,1 n Natronlauge gegen Phenolphthalein [liegt *Phenolsulfonsäure* (P-S) vor, so muß potentiometrisch bis p_H 5,5 titriert werden] und berechnet aus dem Verbrauch an 0,1 n Natronlauge die Menge der vorhandenen Sulfonsäure. Zur Ermittlung der *Gesamtsäure* titriert man eine gewogene Menge des SG nach Auflösung in Wasser gegen Phenolphthalein (P-S potentiometrisch!). Den *Gesamtsulfatgehalt* bestimmt man, indem man zu einer auf dem Wasserbad erhitzten SG-Lösung mit etwa 0,1 g Sulfatgehalt rasch 50 ml 2%ige Bariumchloridlösung zufügt, die Fällung 30 min lang auf dem siedenden Wasserbad stehen läßt und den Bariumsulfatniederschlag abfiltriert und wägt. Schließlich erhält man den *Gesamtanionengehalt* des SG, indem man, wie beschrieben, in einer Probe den Gesamtsäuregehalt titriert, den Ansatz auf 20 ml einengt, das Konzentrat auf einen Dowex 50-Kationenaustauscher bringt, mit dest. Wasser nachwäscht und den gesamten Durchlauf mit 0,1 n Natronlauge titriert. Die Arbeit enthält einige Beispiele von SG-Analysen.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1866—1868 (1957). F. C. Huyck & Sons, Kenwood Mills, Renssellaer, N.Y. (USA). K. Söllner

Bewertung der Farben pflanzlicher Öle. W. D. Pohle und S. E. Tierney[1] empfehlen Extinktionsmessungen im Spektralphotometer, um die Farbabnahme bei der Bleichung der raffinierten Öle und die Wirksamkeit der dabei angewendeten Bleicherden zu prüfen. Die Messungen erfolgen bei einer Wellenlänge von 500 mμ in 1 cm-Küvetten. Das ungebleichte raffinierte Baumwollsamen- bzw. Sojabohnenöl wird mit Tetrachlorkohlenstoff (1:5 bzw. 1:20) verdünnt, die gebleichten Öle wird unverdünnt photometriert. Durch Multiplikation der abgelesenen bzw. der auf die unverdünnte Substanz berechneten Werte mit 100 gelangen die Verff. zu den sogenannten Farbwerten, die gut reproduzierbar sind. Die Verff. geben in Tabellen die Ergebnisse von Vergleichsbestimmungen mit der „Lovibond Red Methode" und zwei colorimetrischen Methoden an, die auf dem Farbvergleich mit Nickelsulfat- bzw. Kaliumdichromatlösungen beruhen. Die Farbwerte bieten die Möglichkeit, beim Bleichprozeß die Abnahme der Farbe eines raffinierten Öls bei Anwendung von verschiedenen Arten und Mengen von Bleicherden zu kontrollieren und die günstigste und rationellste Arbeitsweise zu ermitteln. Die Verff. berechnen die beim Bleichprozeß entzogene Farbe in Prozenten aus dem Farbwert des raffinierten Öls (A) und dem Farbwert des gebleichten Öls (B): Prozent entzogene Farbe $= (A - B) \cdot 100/A$.

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **34**, 485—489 (1957). Swift and Co., Chicago, Ill. (USA). Hanna Ritzel

Den Nachweis von Oiticica-Öl, einem trocknenden, brasilianischen Öl, *in Farben und Lacken*, gründen G. G. Esposito und M. H. Swann[1] auf eine Reaktion der *Licansäure*, aus der es zu etwa 75% besteht. Die Ketogruppe dieser Säure von der Formel $CH_3—(CH_2)_3—(CH=CH)_3—(CH_2)_4—CO—(CH_2)_2—COOH$, setzt sich mit m-Dinitrobenzol zu einer roten Verbindung um. Beträgt der Gehalt des Öls in der Farbe weniger als 10%, so tritt nur eine orange Färbung auf. Einige andere Öle liefern bei dieser Reaktion zwar auch rote Verbindungen, die aber zum Unterschied vom Oiticica-Öl beim Abkühlen ausflocken. Bei Fettsäuren, die durch Verseifung isoliert worden sind, versagt die Reaktion; ebenso stören einige Harze. — *Ausführung.* Zur Lösung von 3 Tr. des Öls oder 6 Tr. der Farbe in 10 ml Benzol gibt man 20 mg gepulvertes m-Dinitrobenzol und 1 ml 0,5 n methanolische Kalilauge und stellt die Mischung 30 min in ein Wasserbad von 70°—72° C. Dann

kühlt man auf Zimmertemperatur ab und läßt 15 min stehen. Bei reinem Oiticicaöl kann es nötig sein, die intensiv rote Flüssigkeit mit Benzol zu verdünnen.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1861—1862 (1957). Aberdeen Proving Ground, Md. (USA). G. Denk

Den Stickstoffgehalt in Smalley-Ölsamenmehl bestimmt C. H. Perrin[1] nach seiner früher angegebenen Methode[2]. Jedoch fand er im Durchschnitt 0,05% mehr als nach der offiziellen A.O.C.S.-Methode. Auf Grund ausgedehnter Versuche auch mit reinen Chemikalien kommt er zu dem Ergebnis, daß das Verfahren der A.O.A.C. genauer als das der A.O.C.S. ist und daß sein Schnellverfahren, das nur 15 min Zeit beansprucht, zu den gleichen genauen Ergebnissen führt. Die Probe muß gut gemischt sein, die Einwaage beträgt etwa 5 g; die einteilige Apparatur muß jedesmal gut gereinigt werden. Zink wird bei der Destillation nicht mehr verwendet und der Alkaliüberschuß darf nur minimal sein.

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **34**, 409—411 (1957). Packers Ltd., Toronto (Canada). — [2] Perrin, C. H.: Analyt. Chemistry **25**, 968 (1953); vgl. diese Z. **142**, 73 (1954). B. Rossmann

Die Bestimmung der Restsäure in Cellulosefasern, die vorher mit 0,1 n Salzsäure behandelt und danach mit CO_2-haltigem dest. Wasser sehr sorgfältig gewaschen worden sind, haben O. Ant-Wuorinen und A. Visapää[1] in Fortsetzung ihrer bereits früher beschriebenen Arbeiten[2] maßanalytisch durchgeführt (ausführliche Beschreibungen der Versuche und deren Ergebnisse im Original). Wie die Versuche zeigen, ist es nicht möglich, selbst durch oft wiederholtes Waschen der Fasern mit CO_2haltigem dest. Wasser (Wasser, das an der Luft gestanden hat), die Säure restlos auszuwaschen. Die von den Cellulosefasern zurückgehaltenen Säuremengen sind zwar nur gering, jedoch groß genug, um katalytisch zu wirken; außerdem beeinträchtigen sie eine sehr genaue Bestimmung der zugänglichen Carboxyl- und Carbonylgruppen. Mit Hilfe der Mikrofiltrationsmethode nach C. Mahr und H. Klamberg[3] konnten die Untersuchungsergebnisse bestätigt werden.

[1] Suomen Kemistilehti, Ser. A, **31**, 90—95 (1958). State Inst. Techn. Res. (Finnland). — [2] Paper and Timber **38**, 327—336, 479—490 (1956); **39**, 229—235 (1957). — [3] Angew. Chem. **66**, 328 (1954). K. Machner

Zur Bestimmung von elementarem Schwefel und einzelnen Schwefelverbindungen in Reyon (Cellulosekunstseide nach dem Xanthogenatverfahren) teilt M. J. Maurice[1] Arbeitsvorschriften mit. Eine Gesamtanalyse umfaßt die Bestimmung der Sulfide, der Xanthogenate, des elementaren Schwefels, der Sulfate und des Gesamtschwefels. Da schwefelhaltige Bestandteile der Appretur stören, geht man am besten von Rohgarn aus. — *Ausführung. 1. Sulfide.* Die Bestimmung erfolgt im wesentlichen nach dem bereits beschriebenen Verfahren[2]. Die Einwaage beträgt 10 g Garn. Der Destillationsapparat[2] wird mit 3 Waschflaschen verbunden. Hiervon enthält die erste zur Absorption von HCl-Dampf 25 ml 4 n Schwefelsäure, die beiden anderen wie früher beschickten Waschflaschen dienen zur H_2S-Absorption. Zur Zersetzung der Probe verwendet man an Stelle der Schwefelsäure 75 ml 6 n Salzsäure, erhitzt zum Sieden und läßt 45 min im Stickstoffstrom kochen. Die weitere Arbeitsweise ist mit der früher beschriebenen identisch. — *2. Xanthogenate. a) Potentiometrische Bestimmung.* Durch die siedende Salzsäure bei der Sulfidbestimmung werden auch die Xanthogenate zersetzt. Den dabei freiwerdenden Schwefelkohlenstoff, welcher vom Stickstoff quantitativ durch die 3 Waschflaschen mitgeführt wird, absorbiert man in 2 weiteren Waschflaschen

mit je 25 ml 0,1 n äthanolischer Kalilauge, wo er wieder Xanthogenat bildet. Dieses titriert man nach dem Neutralisieren mit 0,1 n Essigsäure auf p_H 7,0 potentiometrisch mit 0,02 n Cu(II)-acetatlösung, welche 6 ml 1 n Essigsäure je Liter enthält, wobei man Kupfer als Indicatorelektrode und eine gesättigte Kalomelelektrode als Bezugselektrode benutzt[3]. *b) Spektrophotometrische Bestimmung.* Man verfährt zunächst wie bei a), beschränkt jedoch die Garneinwaage auf 1 g und ersetzt die ersten 3 Waschflaschen durch eine einzige, welche 15 ml 4 n Schwefelsäure und 15 ml 0,02 n Kupfer(II)-acetatlösung enthält. Zur Zersetzung der Schwefelverbindungen in 1 g Garn genügen 30 ml 6 n Salzsäure. Man beendet die Bestimmung, indem man den Inhalt der beiden letzten Waschflaschen mit Wasser auf 100 ml verdünnt und die Absorption dieser Lösung in 1 cm Schichtdicke bei 301 mμ gegen eine 1:1 mit Wasser verdünnte 0,1 n äthanolische Kalilauge mißt. Zur Auswertung bereitet man eine Eichkurve mit bekannten Mengen von Kaliumäthylxanthogenat in 0,05 n 50%iger äthanolischer Kalilauge. — *3. Elementarer Schwefel. a) Spektrophotometrische Bestimmung.* 10 g getrocknetes Rohgarn extrahiert man in einem Soxhlet-Apparat 6 Std mit 225 ml spektralreinem n-Hexan, überzeugt sich von der Vollständigkeit der Extraktion, indem man etwa 100 mg extrahiertes Garn mit 3 ml Pyridin und 3 ml 10 n Natronlauge schüttelt, wobei keine Blaufärbung mehr entstehen soll, filtriert, verdünnt unter Nachwaschen mit Hexan auf 250 ml und mißt in 1 cm Schichtdicke die Absorption bei 276 mμ gegen reines n-Hexan[4]. (Extrahiert man statt mit n-Hexan mit absol. Alkohol, so kann man die Methode auch auf Garn anwenden, welches mit Carboxymethylcellulose und Glycerin appretiert ist; allerdings benötigt man dann zur vollständigen Extraktion des Schwefels 48—72 Std.) *b) Chelatometrische Bestimmung.* Man extrahiert wie zuvor, dampft das Hexan in dem unter 1. angewendeten Destillierapparat bis auf einen Rest von etwa 5 ml ab, hängt 3 wie bei der Sulfidbestimmung gefüllte Waschflaschen an und kocht im Stickstoffstrom 30 min mit 30 ml einer Mischung von Salzsäure, Jodwasserstoffsäure und unterphosphoriger Säure nach L. P. Pepkowitz und F. L. Shirley[5], wobei der Schwefel zu H_2S reduziert und dieser wie die Sulfide im Garn nach Verfahren 1 bestimmt wird. — *4. Sulfate. a) Natriumsulfat.* In einer Platinschale übergießt man 3 g Rohgarn mit 20 ml 6 n Salzsäure, dampft trocken, verascht den Rückstand, spült die Asche in den Destillierapparat, dampft darin zur Trockne, reduziert die Sulfate mit 25 ml der Mischung von Salzsäure, Jodwasserstoffsäure und unterphosphoriger Säure und verfährt weiter wie bei der Sulfidbestimmung. (Enthält das Garn weder freie Schwefelsäure noch Hydrogensulfat, so erfaßt man hierbei schon das gesamte Sulfat.) *b) Gesamtes Sulfat.* Man erhitzt 3 g Garn, welches frei von elementarem Schwefel sein soll (zweckmäßigerweise mit n-Hexan extrahiertes Garn von der Bestimmung des elementaren Schwefels), mit 20 ml 1 n Natronlauge 10 min auf dem Dampfbad, säuert mit 6 n Salzsäure an, dampft fast trocken, fügt wieder 6 n Salzsäure hinzu (im ganzen 20 ml), dampft vollends trocken und fährt fort wie bei der Bestimmung des neutralen Natriumsulfates. — *5. Sulfide + elementarer Schwefel + Sulfate.* In dem wie zur Sulfidbestimmung mit 3 Waschflaschen versehenen Destillierapparat kocht man 1 g Rohgarn im Stickstoffstrom 30 min mit 100 ml Salzsäure—Jodwasserstoffsäure—unterphosphoriger Säure und arbeitet weiter wie bei der Sulfidbestimmung. — *6. Sulfite.* Man füllt 5 g Rohgarn in den Destillierapparat und verbindet ihn mit der früher[6] beschriebenen Absorptionsvorrichtung, welche man mit 20 ml Wasser, 3 ml 30%iger Wasserstoffperoxydlösung und 8 Tropfen Bromphenolblaulösung (1 g Farbstoff in 15 ml 0,1 n Natronlauge gelöst und auf 1 Liter verdünnt) beschickt. Die Farbe der Absorptionslösung bringt man mit 0,01 n Natronlauge oder Schwefelsäure auf einen bläulichgrünen Zwischenton. Durch die Apparatur läßt man 15 min Stickstoff strömen, fügt

durch den Tropftrichter 150 ml 4 n Schwefelsäure hinzu und läßt 45 min leicht sieden. Während dieser Zeit titriert man, ohne den Stickstoffstrom zu unterbrechen, ungefähr alle 5 min in der Vorlage die aus dem übergetriebenen Schwefeldioxyd entstandene Schwefelsäure mit 0,01 n Natronlauge. Da die SO_2-Erfassung nicht ganz vollständig ist, korrigiert man das Ergebnis auf Grund eines Modellversuches mit bekannter Sulfitmenge. — *7. Den Gesamtschwefel* bestimmt man nach dem Aufschließen von 1 g Garn mit 10 g Natriumperoxyd in einer Parr-Bombe durch 4 min langes Erhitzen über einer 1 cm hohen Gasflamme. Nach dem Abkühlen löst man die Schmelze in Wasser, zerstört nach dem Hinzufügen von 3 Tropfen 0,05%iger Osmiumsäurelösung alles Wasserstoffperoxyd durch Kochen, säuert mit 4 n Salzsäure an, überführt in den Destillierapparat, dampft zur Trockne und reduziert wie bei der Sulfatbestimmung (4.) zu Schwefelwasserstoff, welchen man genau wie dort bestimmt. Daneben führt man mit 10 g Natriumperoxyd eine Blindbestimmung durch.

[1] Textile Res. J. **27**, 774—782 (1957). A.K.U.-Onderzoekingsinst. „Research", Arnhem (Holland). — [2] Maurice, M. J.: diese Z. **157**, 90 (1957). — [3] Maurice, M. J.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **14**, 583 (1956); vgl. diese Z. **155**, 302 (1957). — [4] Maurice, M. J.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 574 (1957); vgl. diese Z. **162**, 58 (1958). — [5] Analyt. Chemistry **23**, 1709 (1951); vgl. diese Z. **137**, 287 (1952/53). — [6] Maurice, M. J.: diese Z. **157**, 93 (1957). F. Neumann

Für die Bestimmung von Indol, Indol-3-essigsäure und Indol-3α-buttersäure (Pflanzenwachstumsregulatoren) eignet sich nach K. Sykut[1] das von ihm bereits für die Bestimmung von Phenol und Xylolen empfohlene coulometrische Verfahren[2]. Es beruht auf der Bromierung der Verbindungen in saurer Lösung, Entfernen des Bromüberschusses mit Rhodanid und coulometrischer Bestimmung des Rhodanidüberschusses mit Hilfe des Relaxationscoulometers. Indol selbst nimmt beim Bromieren 8 Atome Brom auf, während die Derivate mit nur 6 Atomen Brom reagieren. Man kann noch 0,15 μg Indolessigsäure erfassen. Die Bestimmung von 1 bis etwa 20 μg Indol-3-essigsäure oder Indol-3α-butte säure gelingt auf etwa 5% genau. Das Verfahren ist wahrscheinlich auch auf andere Indolderivate, z. B. auf Indol-3-propionsäure anwendbar, die man in so kleinen Mengen mit Hilfe der colorimetrischen Methode auf Grund der Reaktion von Salkowski nicht erfassen kann. — *Ausführung.* Man versetzt in einem 25 ml-Meßkolben 5 ml 0,0005 n $KBrO_3$-Lösung (die 40 g KBr im Liter enthält) mit 1—5 ml der zu untersuchenden Lösung und 5 ml 6 n Salzsäure, verschließt und erhitzt 10 min in einem Wasserbad von 50 ± 1° C. Dann wird innerhalb 2 min auf 15° C abgekühlt und mit 5 ml 0,0006 n KSCN-Lösung versetzt. Nach weiteren 10 min füllt man mit Wasser zur Marke auf und bestimmt das unverbrauchte Rhodanid coulometrisch. Ein Reagentienblindversuch wird gleichzeitig durchgeführt.

[1] Ann. univ. Mariae Curie-Skłodowska (Lublin), Sect. AA, **10**, 53—60 (1955) [Polnisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.) Lehrk. f. anorg. Chem. Univ. Lublin. — [2] Sykut, K.: Ann. univ. Mariae Curie-Skłodowska (Lublin), Sect. AA, **10**, 25 (1955); vgl. diese Z. **163**, 216 (1958). A. Kurtenacker

Den Nachweis und die Trennung der Ködergifte für Nagetiere wie Antu (1-(1-Naphthyl)-2-thioharnstoff), Pival (2-Pivalyl-1,3-indandion) und Warfarin (3-(1-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycumarin) erbringt L. C. Mitchell[1] mittels Papierchromatographie. Zum *Nachweis* gibt man 0,001 ml der 1%igen zu untersuchenden Lösung und 1%iger Standardlösungen in Dioxan auf die Startlinie. Der Trog des Chromatographiergefäßes wird mit 50 ml handelsüblichem Octangemisch gefüllt. Das Papier wird mit Dimethylacetamidlösung (4 ml mit Äther auf 100 m

verdünnt) besprüht und dann in das Gefäß eingestellt, das mit Cellophanstreifen verklebt wird. Nach etwa 75 min ist die Lösungsmittelfront bis oben gestiegen, die dann mittels weichen Bleistifts markiert wird. Nach 3—5 min Trocknen im Abzug betrachtet man das Chromatogramm im UV-Licht, markiert die Flecke und notiert die Farbe. Ein Chromatogramm läßt man über Nacht trocknen, während ein zweites leicht mit einer Lösung von 11 g KOH in 200 ml Methanol befeuchtet wird. Die im UV-Licht erscheinenden Flecke werden wieder markiert und die Farbe wird notiert. Am nächsten Tag wird das erste Chromatogramm erneut im UV-Licht geprüft, Farbänderungen werden notiert und man besprüht ebenfalls mit methanolischer Kalilauge. Die festgestellten Färbungen und R_f-Werte sind in der Tabelle angegeben:

Tabelle

	Ohne Reagens R_f		Mit Reagens R_f	
Warfarin	purpur	0,1—0,19		
Antu	blau	0,31—0,38	blau/grün	0,04—0,07
Pival	lederfarben	unbestimmbar		

Die reinen ungemischten Substanzen zeigen geringe Abweichungen.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 1034—1037 (1957). Dpt. Health, Educat., Welfare, Washington, D.C. (USA). B. Rossmann

Colorimetrische Phosphorbestimmung in Futtermitteln und Fischmehlen. Da die amtl. A.O.A.C.-Methode zu zeitraubend ist, gibt B. Gersten[1] ein colorimetrisches Verfahren an. Die Methode beruht auf die Verwendung von 1,2,4-Aminonaphtholsulfonsäure (ANSA) als Reduktionsmittel für die Molybdänblaureaktion. — *Arbeitsweise.* Zum Vergleich dient eine Standardlösung. Dazu werden 0,4394 g KH_2PO_4 in 1 Liter Wasser gelöst und davon 10 ml auf 200 ml verdünnt. Von dieser Lösung enthält 1 ml 5 μg Phosphor. 2—10 ml werden in 25 ml-Kölbchen gegeben, mit 2,5 ml 60%iger Perchlorsäure und 0,8 ml ANSA-Lösung versetzt (0,125 g 1,2,4-Aminonaphtholsulfonsäure werden in 44 ml 15%iger $NaHSO_3$-Lösung gelöst, tropfenweise mit 20%iger Na_2SO_3-Lösung bis zur Klärung versetzt und in eine dunkle Flasche filtriert). Nach 30 sec gibt man 2 ml $(NH_4)_2MoO_4$-Lösung (5 g in 100 ml H_2O) zu und füllt zur Marke auf. Bei 25 $\pm$ 4° C hat sich nach 15 min die Farbe entwickelt, die bei 730 mμ gegen die Reagentien gemessen wird. Von einer vorbereiteten Probe werden 2 g mit 30 ml Salpetersäure und 10 ml Schwefelsäure bis zum Farbloswerden aufgeschlossen. Nach Abkühlen wird auf 200 ml verdünnt. Dann wird wie bei der Standardlösung weiter behandelt. Gegebenenfalls muß noch eine zweite Verdünnung vorgenommen werden. In 19 Versuchen werden die ermittelten Werte mit den nach A.O.A.C.-Methode erhaltenen Zahlen verglichen und die Brauchbarkeit der ANSA-Methode wird bewiesen.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 1056—1059 (1957). Agric. Exp. Stat., Amherst, Mass. (USA). B. Rossmann

Bestimmung von freiem und gesamtem Gossypol in Mischfuttermitteln mit Baumwollsaatmehl. Im Gegensatz zur amtlichen A.O.C.S.-Methode der Gossypolbestimmung mittels wäßriger Acetonextraktion benutzen W. A. Pons jr. und C. L. Hoffpauir[1] zur Bestimmung von *freiem Gossypol* in Futtermitteln, die Baumwollsaatmehl enthalten, eine Mischung aus 500 ml Isopropylalkohol-Hexangemisch (60 Vol-% Isopropylalkohol + 40 Vol-% Hexan), 2,0 ml 3-Amino-1-propanol, 8,0 ml Eisessig und 50 ml Wasser, die auf 1 Liter mit Isopropylalkohol-Hexangemisch aufgefüllt wird. Zur Bestimmung des *Gesamtgehaltes von hydrolysierbarem*

Gossypol wird eine Mischung von 2 ml 3-Amino-1-propanol und 10 ml Eisessig verwendet, die mit Dimethylformamid auf 100 ml verdünnt wird. Aus den nach genauen Angaben bereiteten Extrakten wird das Gossypol photometrisch durch Messung der Lichtdurchlässigkeit bei 440 mμ bestimmt. Durch Vergleich mit nach besonderer Vorschrift hergestellten reinen Gossypollösungen ist der Gehalt zu berechnen. Die Reproduzierbarkeit und die Genauigkeit der Methode sind durch zahlreiche Beispiele erhärtet.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 1068—1080 (1957). South. Reg. Res. Lab., New Orleans, La. (USA). B. Rossmann

Über die Bestimmung von Fumarsäure in Fermentationslösungen berichten C. H. VanEtten und C. E. McGrew[1]. Die Fumarsäure wird mit Hilfe von Ionenaustauschern von den anderen Fermentationssäuren abgetrennt und im Eluat maßanalytisch bestimmt. — *Arbeitsweise.* Die saure oder neutrale Fermentationslösung mit etwa 0,5 mÄqu. an Gesamtkationen wird zunächst durch eine Austauschersäule (Länge 70 mm, ⌀ 6 mm) filtriert, die mit Dowex 50X2, H-Form, 50—100 mesh, bepackt ist. In einem aliquoten Teil des Filtrats (5 ml) kann nach kurzem Aufkochen (zur Entfernung von CO_2) die Gesamtsäure titriert werden (Fermentationsflüssigkeiten, die unlösliche Calciumsalze enthalten, behandelt man vorher mit überschüssigem Kationenaustauscher, bis sich die Calciumsalze gelöst haben). Ein anderer aliquoter Teil des Filtrats mit nicht mehr als 0,2 mÄqu. an Gesamtsäure wird dann durch eine Säule (Länge 60 mm, ⌀ 6 mm) filtriert, die mit Dowex 1X1, OH-Form, 50—100 mesh, beschickt und mit dest. Wasser neutral gewaschen worden ist. Es wird 2mal mit je 3—5 ml dest. Wasser nachgewaschen. Anschließend löst man mit 75 ml 0,35 n Essigsäure bei einer Fließgeschwindigkeit von 2 ml/min die schwachen Fermentationssäuren vom Harz. Die starken Säuren (einschließlich der Fumarsäure) werden dann mit 25 ml 0,1 n Salzsäure eluiert. Zur Bestimmung von *Fumarsäure* verdampft man das Eluat zur Trockne, löst den Rückstand in 3—5 ml 90%igem tert. Butylalkohol und filtriert die Lösung durch eine Austauschersäule (Länge 30 mm, ⌀ 6 mm), die mit Dowex 1X8, 50—100 mesh, bepackt ist und wie folgt vorbereitet wird: Das Harz (Cl-Form) wird in die Säule eingeschlämmt und zuerst mit 1 n Natronlauge, danach mit 15—20 ml 90%igem tert. Butylalkohol gewaschen. Anschließend wird dann die Probenlösung 2mal mit je 3 ml Butylalkohol in die Säule gewaschen. Man eluiert die Fumarsäure mit 50 ml 0,35 n Ameisensäure (gelöst in 90%igem tert. Butylalkohol) bei einer Fließgeschwindigkeit von etwa 1 ml/min, verdampft das Eluat zur Trockne, löst den weißen kristallinen Rückstand in 20—30 ml Wasser und titriert mit 0,01 n Natronlauge unter Verwendung von Phenolphthalein als Indicator. Nach den mitgeteilten Analysenzahlen werden 98,2% der eingesetzten Fumarsäure mit einer Standardabweichung von 1,52 wiedergefunden.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1506—1509 (1957). Dep. Agric., Peoria, Ill. (USA). K. Machner

Über elektrometrische Wasserbestimmungsmethoden in Seifen und Waschmitteln berichtet E. Nebe[1]. Hauptsächlich angewendet wird die p_H-metrische Dead stop-Titration mit dem Karl-Fischer-Reagens, die sehr genaue Werte liefert. Der Anwendungsbereich wird nur durch Substanzen begrenzt, die mit den Bestandteilen der Fischer-Lösung reagieren. Die Wasserbestimmung durch Messung der Erhöhung der Dielektrizitätskonstante findet unter Benutzung von Eichdiagrammen vielseitige Anwendung. Störende Einflüsse der Leitfähigkeit können durch Extraktion des Wassers aus der zu untersuchenden Substanz mittels Dioxan

ausgeschaltet werden, vorausgesetzt, daß die Substanz keine Eigenlöslichkeit in Dioxan aufweist. Praktische Anwendung finden konduktometrische Methoden, die die Untersuchung stark leitender Produkte gestatten.

[1] Fette u. Seifen **59**, 755—757 (1957). H. Zimmer

Über die colorimetrische Bestimmung von Kohlenhydraten als Osazone, insbesondere in Kollagen, Prokollagen und Gerbstoffglucosiden berichten W. Grassmann, H. Hörmann und R. Hafter[1]. — *Reagentien. Acetatpuffer* (AP). Man löst 50 g Natriumacetat und 50 ml Eisessig in ausgekochtem Wasser und füllt auf 200 ml auf. — *1%ige Phenylhydrazinlösung* (PH). Man löst 1 g Phenylhydrazin und 10 g Natriumhydrogensulfit in 100 ml ausgekochtem Wasser (im Kühlschrank 3 Tage haltbar). — *Ausführung.* Man versetzt die bis zu 150 μg Glucose enthaltende Analysenprobe mit je 1 ml AP und PH, füllt mit ausgekochtem Wasser auf 5 ml auf, erhitzt den Ansatz 2 Std in einem schwach siedenden Wasserbad, kühlt und verdünnt auf 10 ml. Ebenso setzt man einen Blindversuch an. Dann ermittelt man von den gelb gefärbten Lösungen im Colorimeter „Medeor" bei 405 mμ die Extinktion, zieht den Blindwert hiervon ab und vergleicht mit einer analog hergestellten Eichkurve, die für jedes Monosaccharid gesondert aufgestellt werden muß (Kurven im Original). Von *Kollagen* oder *Prokollagen* wägt man 10—18 mg ein und arbeitet nach der beschriebenen Technik, wobei das Kollagen manchmal erst beim längeren Erhitzen des Ansatzes in Lösung geht. Hydrolysiert man 5 bis 13 mg dieser Substanzen mit 1 ml 1 n Salzsäure im Einschmelzrohr bei 100° C, so werden wegen der sauren Reaktion der Lösung etwas höhere Extinktionswerte als bei dem eingangs beschriebenen Verfahren erhalten. Es muß in diesem Falle eine besondere Eichkurve ermittelt werden. Soll *Gerbstoffglucosid* untersucht werden, so hydrolysiert man von diesem etwa 1,75 mg mit 1 ml 0,1 n oder 1 n Salzsäure 8 Std bei 100° C im Einschmelzrohr, verdünnt das braun gefärbte Hydrolysat, neutralisiert es mit Natriumhydrogencarbonat, fällt durch tropfenweisen Zusatz von Bleiacetatlösung die Verunreinigungen aus, entfernt den Bleiüberschuß mit Natriumsulfat, filtriert und füllt die nunmehr farblose Lösung auf 10 ml auf. 2 ml der Verdünnung werden für die oben beschriebene Bestimmung verwendet.

[1] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **307**, 87—96 (1957). Max-Planck-Inst. Eiweiß- u. Lederforsch., München. K. Söllner

---

4. Analyse von biologischem Material

Zur Natriumbestimmung im Blutserum haben R. P. Spencer, T. G. Mitchell und E. R. King[1] die *Neutronenaktivierungsanalyse* mit Erfolg verwenden können. Die Verfasser stellen fest, daß bei Bestrahlung von 10 ml Blutserum für die Dauer von 1 Std bei einem Neutronenflux von $2{,}5 \cdot 10^8$ Neutronen/cm^2/sec die folgenden Gammastrahler entstehen: Na-24, Cl-38, Br-80, Br-80m, Br-82, J-128, K-42, Ca-49, Cu-64, Cu-66, Mg-27 und — wenn im Serum vorhanden — Co-60m und Mn-56. Wird aber 12 Std nach der einstündigen Bestrahlung mit Neutronen die Aktivität an Gammastrahlen des Rückstandes der eingedampften 10 ml Blutserum gemessen, so sind 99,6% der Strahlung auf das Na-24 zurückzuführen. Die Messung der γ-Aktivität nach 12 Std eignet sich daher zur Natriumbestimmung im Blutserum und stimmt innerhalb 3% mit den Ergebnissen der flammenphotometrischen Bestimmung überein. Zur Erhöhung der Genauigkeit der Ergebnisse kann noch im γ-Spektrometer die Intensität der 2,75 MeV-Linie des Na-24 zur Natriumbestimmung verwendet werden. Man bestrahlt unter gleichen Bedingungen

eine Probe bekannten Natriumgehaltes und vergleicht die Aktivitäten wie bei der Aktivierungsanalyse üblich.

[1] J. Lab. clin. Med. **50**, 646—652 (1957). Naval Hosp. and Radioisotope School, Bethseda, Md. (USA). KLAUS BRODERSEN

Mit der colorimetrischen Mikrobestimmung von Fluor, besonders in biologischen Substanzen, wie Knochen, Zähnen und Blut beschäftigen sich J. SAMACHSON, N. SLOVIK und A. E. SOBEL[1] in einer Untersuchung. Das zylindrische Destillationsgefäß befindet sich in einem ebenfalls zylindrischen Glaskolben mit Rückflußkühler. In dem Kolben wird Tetrachloräthan zum Sieden erhitzt, dessen Dampf als Heizmantel dient. Die Apparatur hat Gummiverbindungen. Durch das Destillationsgefäß wird Wasserdampf geleitet, der aus bidest. Wasser entwickelt wird. Im Destillat wird Fluor spektrophotometrisch mit einem durch Monochloressigsäure gepufferten Reagens aus Alizarinmonosulfonat und Thoriumnitrat bestimmt. Die Störung durch Chlorid wird durch Zugabe von Silberoxyd umgangen. — *Ausführung.* Verwendet man die Apparatur oder Teile davon zum erstenmal, so dämpft man sie zunächst mit Wasserdampf aus und läßt sie trocknen. — Die Probe bringt man in das Destillationsgefäß, fügt, gegebenenfalls nach Zugabe von 100 mg Ag_2O, 1 ml Schwefelsäure (1:1) hinzu, die man bei flüssigen Proben von mehr als 1 ml durch 0,5 ml konz. Schwefelsäure ersetzt. Nun erhitzt man und leitet, wenn das Tetrachloräthan zu sieden beginnt, langsam Wasserdampf hindurch. Liegen nicht mehr als 10 μg F vor, so destilliert man innerhalb von 10 bis 20 min etwa 8,5 ml in einen 10 ml-Meßkolben, bei größeren Mengen 21 ml in einen 25 ml-Kolben in etwa 30 min. Das Destillat versetzt man mit 1 bzw. 2,5 bis 3 ml der Reagenslösung (siehe unten), füllt zur Marke auf und mißt die Extinktion bei 525 mμ gegen Standardlösungen mit 1—10 bzw. 1—25 μg F. Die Durchlässigkeit einer Vergleichslösung mit 10 μg F/ml setzt man = 100%. Die Blindwerte schwanken zwischen 0 und 0,5 μg; sie werden nicht berücksichtigt. — Zur *Darstellung des Reagenses* mischt man 24 ml Pufferlösung (18,9 g Monochloressigsäure + 4,0 g NaOH in 100 ml H_2O) mit 15 ml einer 0,2%igen Lösung von Alizarinmonosulfonat und gibt dann 6 ml einer 0,25%igen Thoriumnitratlösung in 5 ml Wasser dazu.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1888—1891 (1957). Jewish Hosp. Brooklyn, N.Y. (USA). G. DENK

Eine Methode zur Aufteilung der Jodfraktionen im Harn und ihre Anwendung auf die jodhaltigen Stoffwechselprodukte bei Behandlung von Schilddrüsencarcinomen mit radioaktiven Jodverbindungen teilt K. FLETCHER[1] mit. Die Methode gestattet eine praktisch vollständige Abtrennung des anorganischen Jodids an einer Silberchloridsäule von den organischen Jodverbindungen, die nach Anreicherung mittels Ionenaustauscher papierchromatographisch identifiziert werden. — *Ausführung.* Das Silberchlorid für die Säulen stellt man durch Fällen einer mit Salpetersäure versetzten Silbernitratlösung durch Natriumchloridlösung her und wäscht durch Dekantieren säurefrei. Mit einer Suspension in 50%igem Äthanol mit 1% NaCl von p_H 8,5 schlämmt man in mit Glaswolle abgeschlossenen Rohren Säulen von 1,5 · 15 cm oder 2,8 · 22 cm an; die Durchlaufgeschwindigkeit soll 0,2 bzw. 1 ml/min betragen. Gegen Lichteinwirkung ummantelt man die Rohre mit schwarzem Papier. Den 24 Std-Harn sammelt man in 2,5 l-Flaschen, die 10 ml 40%ige Natronlauge, 10 ml 0,1 n Natriumjodidlösung und 1 g Natriumsulfit enthalten. Vor der Entnahme schüttelt man, um die Phosphate zu suspendieren, entnimmt eine kleine Probe zur Bestimmung der Anfangsradioaktivität, versetzt 500 ml mit der gleichen Menge Äthanol, bringt mit Salzsäure oder Natronlauge auf

p_H 8,5, erwärmt auf 40° C und filtriert. Den Niederschlag, der nur ganz schwach radioaktiv ist, wäscht man mit 50% igem Alkohol. Filtrat + Waschalkohol gibt man in einen Scheidetrichter, der mit der größeren Säule verbunden ist und läßt über Nacht durchlaufen. Zum Schluß wäscht man mit 100 ml 50% igem Alkohol vom p_H-Wert 8,5 nach, mißt das Volumen und bestimmt (in einer Probe) die Radioaktivität, die man unter Berücksichtigung des Aktivitätsschwundes in Prozenten der ursprünglichen ausdrückt. Den jodfreien Durchlauf engt man im Vakuum bei weniger als 40° C auf ~ 100 ml zur Entfernung des Alkohols ein und verdünnt mit Wasser auf ~ 400 ml. Im Eisbad kühlt man auf 0—4° C, bringt mit 10 n Salzsäure auf p_H 4, gibt 100 ml einer sedimentierten Zeo-Karb 215-Suspension (Na^+-Form, 200—400 mesh) hinzu und rührt 3 Std unter Kühlung im Eisbad. Nach Filtrieren rührt man 1 Std mit 250 ml Wasser bei p_H 4 und filtriert wieder. Dann rührt man den Austauscher bei Raumtemperatur 2 Std mit 500 ml einer Mischung aus gleichen Raumteilen Äthanol und 2 n Ammoniaklösung und nach Filtration wiederholt man das gleiche mit 250 ml der Mischung. Nur die beiden alkalischen Filtrate engt man im Vakuum auf ~ 15 ml ein und extrahiert 4mal bei p_H 2 mit gleichen Volumina n-Butanol. Die vereinigten Butanolextrakte neutralisiert man mit konz. Ammoniak und verdampft zur Trockne. Den Rückstand löst man in einem Minimum obiger Mischung und chromatographiert mit n-Butanol/Dioxan/2 n Ammoniak (4 : 1 : 5) als Laufflüssigkeit. Die Lokalisation erfolgt radioautographisch. Die aktiven Areale eluiert man (Mittel nicht angegeben, Ref.) und rechromatographiert mit n-Butanol/Äthanol/Wasser (5 : 1 : 4). Die abermals eluierten Substanzen sind rein und lassen sich chromatographisch mit authentischen Jodverbindungen vergleichen. So ließen sich 3,5-Dijodtyrosin und 3,5-Dijod-4-hydroxyphenylmilchsäure identifizieren, die auch den Hauptanteil der Radioaktivität der nachweisbaren jodhaltigen Stoffwechselendprodukte stellen. In einer Tabelle sind die R_f-Werte von 12 Jodverbindungen in 4 Lösungsmitteln (absteigend auf Whatman 3 MM) angegeben.

[1] Biochemic. J. **67**, 136—140, 140—146 (1957). Univ. College Hosp., Med School, London (England). E. Müller, Würzburg

Über die Chlorsäuremethode zur Bestimmung des proteingebundenen Jods berichten J. F. Goodwin, R. B. Hahn und A. J. Boyle[1]. Nach den bisher üblichen Verfahren wird die Probe mit Chlorsäure, die mit geringen Mengen Na-Chromat versetzt wird, eingedampft. Mit Hilfe von radioaktivem Jod-131 wird festgestellt, daß bei der Untersuchung von Blutserum der Zusatz von Chromat keinen wesentlichen Einfluß ausübt, wenn die Lösung nicht bis zur völligen Trockne eingedampft wird. Wenn die Lösung mit Chlorsäure bis zur völligen Trockne eingedampft wird, tritt auch bei Zusatz von Na-Chromat ein Jodverlust ein. Der Chromatzusatz ist nur dann von Vorteil, wenn die Lösung keine organischen Bestandteile enthält. Das proteingebundene Jod kann von anorganischen Jodiden durch Proteinfällung mit Perchlor- oder Trichloressigsäure genügend genau getrennt werden.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1681—1684 (1957). Wayne State Univ., Detroit, Mich. (USA). H. Zimmer

Die Papierchromatographie von Phospholipiden mit Lösungsmittelgemischen aus Ketonen und Essigsäure wurde von R. F. Witter, G. V. Marinetti, A. Morrison und L. Heicklin[1] angegeben. Zur Anwendung gelangte die aufsteigende Technik (Kammern 15×45 cm, äquilibriert mit 200 ml Lösungsmittelgemisch bei 28° C während 24 Std, Größe des Whatman-Papiers Nr. 1 42,5×12,5 cm, gewaschen mit Essigsäure). Die Vorbereitungen und die Versuche wurden nach

früheren Angaben durchgeführt[2]. Das Ninhydrin-Reagens enthielt 10% Lutidin, die Farbreaktion mit Rhodamin B oder G erfolgte bei 30—33° C. Damit konnten auch die R_f-Werte aller Lipide gemessen werden. Mit der Ninhydrinreaktion ließen sich die Kephaline und Acetalphosphatide ermitteln, mit dem Cholintest die Lecithine und Sphingomyeline. Die Laufzeit der Chromatogramme betrug 3—7 Std bei 28°C. Die benutzten Lösungsmittel besaßen folgende Siedepunkte: Aceton 55,5 bis 55,8° C, 2-Butanon 79 -80° C, 3-Pentanon 100,5—102,5° C, 2-Pentanon 100—102° C, 4-Methyl-2-pentanon 114—116° C, 3-Methyl-2-butanon 93—94° C, 2,6-Dimethyl-4-heptanon 167—170° C. In Versuchen mit Distearyllecithin, Distearylphosphatidyläthanolamin und Sphingomyelin konnte festgestellt werden, daß Lösungsmittelgemische mit niederen Ketonen wie Aceton, 2-Butanon oder 3-Pentanon für die Chromatographie von Lipiden nicht geeignet sind. Gemische aus 2-Pentanon-Essigsäure (30 : 2), 3-Methyl-2-butanon-Essigsäure (30 : 3), 4-Methyl-2-pentanon-Essigsäure (30 : 2) und 2,6-Dimethyl-4-heptanon-Essigsäure (30 : 7) gaben ausgezeichnete Trennungen von Phospholipiden, wie Lysolecithin, Sphingomyelin, Phosphatidyläthanolamin, Lecithin und Phosphatidsäure (Konzentration je Phospholipid 10—25 μg/20 μl) in einem eindimensionalen Chromatogramm. In der Arbeit sind die mit den angegebenen Lösungsmittelgemischen ermittelten R_f-Werte der untersuchten Phospholipide in einer Tabelle sowie eine Abbildung eines Chromatogramms wiedergegeben.

[1] Arch. Biochem. Biophysics **68**, 15—20 (1957). School Med. a. Dent., Univ. Rochester, New York (USA). — [2] Marinetti, G.V., u. E. Stotz: J. Amer. chem. Soc. **77**, 6668 (1955). — Bouser, G., G. V., Marinetti, R. F. Witter, J. F. Berry u. E. Stotz: J. biol. Chemistry **223**, 485 (1956). H. Kathen

Über die Isolierung von Lysolecithin aus menschlichem Serum berichtet G. B. Phillips[1]. Außer den bekannten Komponenten der Phosphatidfraktion des Menschenserums Lecithin(L), Sphingomyelin(S), Phosphatidyläthanolamin(PÄ), Phosphatidylserin und Plasmalogen weist Verf. noch Lysolecithin(LL) nach. — *Ausführung.* Man gibt das Serum unter Schütteln tropfenweise in das 15fache Volumen von Methanol-Chloroform (1 : 1), filtriert nach 1 Std, emulgiert das Filtrat mit dem gleichen Volumen Wasser, zentrifugiert, dekantiert die obere Phase und bringt die untere bei maximal 60° C im Vakuumrotationsverdampfer zur Trockne. Die Säulenchromatographie erfolgt nach einer Modifikation des Verfahrens von C. H. Lea, D. N. Rhodes und R. D. Stoll[2]. Die Kieselsäure (100 mesh) wird zur Aktivierung 18 Std auf 110—120° C erhitzt und mit 5 ml Chloroform/g ins Rohr eingeschlämmt. Der Serumextrakt wird in 2,5 ml je Gramm Kieselsäure eingetragen. Zur Elution benutzt man nacheinander je Gramm Kieselsäure 7,5 ml Chloroform; 15 ml Methanol-Chloroform (20 : 80); 60 ml gleiches Gemisch mit 1,25 Vol-% Wasser; 12,5—15 ml Methanol. Bei einem Überdruck von 14 cm Hg sammelt man Fraktionen von 3—5 ml/g Kieselsäure. In den Fraktionen bestimmt man den Phosphor nach C. H. Fiske und Y. Subbarow[3], den Gesamtstickstoff nach Kjeldahl durch direkte Neßlerisation, den Aminostickstoff mit Ninhydrin nach C. H. Lea und D. N. Rhodes[4] und die Esterbindungen nach M. M. Rapport und N. Alonzo[5]. — Bezüglich der Phosphorkonzentration erscheinen 4 Gipfel, die papierchromatographisch analysiert werden. Dazu dient mit Kieselsäure imprägniertes Papier nach[2], auf dem die Chromatogramme im absteigenden Verfahren mit Methanol-Chloroform (20 : 80) entwickelt werden. Beim Vergleich mit authentischen Substanzen besteht Gipfel I (eluiert mit Methanol-Chloroform, 20 : 80) hauptsächlich aus PÄ; der zweite und dritte Gipfel (eluiert mit der wasserhaltigen Mischung) enthält L bzw. S. Der 4. Gipfel, eluiert mit Alkohol, wird rechromatographiert und

gibt dann 2 kleinere Gipfel, die sich als L und S erweisen, und einen größeren, der bei eingehenden Untersuchungen als LL erkannt wird.

[1] Proc. Nat. Acad. Sci. USA. **43**, 566—570 (1957). Columbia Univ. a. Presbyterian Hosp. New York (USA). — [2] Biochemic. J. **60**, 353 (1955). — [3] J. biol. Chemistry **66**, 375 (1925); vgl. diese Z. **85**, 110 (1931). — [4] Biochemic. J. **56**, 613 (1954); vgl. diese Z. **146**, 394 (1955). — [5] J. biol. Chemistry **217**, 193 (1955); vgl. diese Z. **151**, 397 (1956). E. Müller, Würzburg

Eine direkte Bestimmungsmethode von Harnstoff als Ammoniak mit Neßlers Reagens wird von J. H. Boutwell jr.[1] beschrieben. Zur Zersetzung behandelt man verd. *Blut* oder *Urin* mit gepufferter, ÄDTA-stabilisierter Urease. Durch Versetzen mit $ZnSO_4$, Erhitzen und Behandeln mit $Ba(OH)_2$ erhält man ein proteinfreies Filtrat, dessen Ammoniak man mit jodhaltiger Neßler-Lösung in 2stufiger Technik bestimmt. — *Arbeitsweise.* Man versetzt 5,00 ml Wasser mit 0,200 ml *Blut* und 1,0 ml Urease-Puffer-Mischung (0,5%ige Ureaselösung in 1%iger ÄDTA-Lösung vom p_H-Wert 6,8: 2 ml + 2 ml Pufferlösung [aus 100 g $NaOOC \cdot CH_3 \cdot 3H_2O$ + 1,1 ml Eisessig in 500 ml] + 6 ml Wasser) und läßt 10 min bei 50° C einwirken. Dann vermischt man mit 2,00 ml 1%iger $ZnSO_4$-Lösung und nach 5 min Stehen auf dem siedenden Wasserbad und Abkühlen mit 2,00 ml 0,06 n $Ba(OH)_2$-Lösung, schüttelt tüchtig und zentrifugiert. Zum Photometrieren vermischt man 5,00 ml der überstehenden Flüssigkeit mit 1,0 ml jodinierter Neßlerscher Lösung (100 ml Neßler-Lösung nach Koch-McMeekin + 1,0 g Jod, das sich langsam auflöst), versetzt schnell mit 1,0 ml 2,5 n Natronlauge, vermischt schnell und läßt 5 min stehen. Man mißt die optische Dichte gegen eine gleich bereitete Blindprobe bei 515 mμ. — Zur Bestimmung in *Urin* verwendet man 1—5 ml einer Verdünnung 1:200. mg Harnstoff-Stickstoff/100 ml Blut = $(D_u/D_s) \cdot 25{,}5$; mg Harnstoff-Stickstoff/Gesamtvolumen Urin = $(D_u/D_s) \cdot 5 \cdot V_{\text{Gesamt}}$, worin D_u = Extinktion der Probe, D_s = Extinktion der Standardlösung. Der Ammoniakgehalt von *Urin* kann auf gleiche Weise ohne Zugabe von Urease bestimmt werden.

[1] Clin. Chemistry **3**, 205—216 (1957). Temple Univ. a. Hosp., Philadelphia, Pa. (USA). Hildegard Pluskal

Eine Methode zur Bestimmung von Eiweiß in Mikrogrammengen in *Cerebrospinalflüssigkeit und Serum* teilen G. R. Kingsley und G. Getchell[1] mit. Das Verfahren beruht auf dem Phänomen des „Eiweißfehlers", bei dem native Proteine bei schwach saurer Reaktion mit Tetrabromphenolphthaleinäthylester (I) oder dessen Kaliumsalz (I-K) einen blauen Farbkomplex bilden[2]. Die Verff. haben nach eingehender Prüfung der optimalen Bedingungen eine Methode ausgearbeitet, die es gestattet, noch 0,1 μg Protein zu bestimmen. — *Ausführung. Indicatorstammlösung.* Man löst 134 mg I oder I-K in absolutem Methanol und verdünnt damit auf 100 ml. I-K kann man nach[2] oder[3] synthetisieren; I ist bei General Biochemicals erhältlich; auch Bromophthalein magenta E (National Aniline No. 339) ist anwendbar. Die Lösung ist im Kühlschrank einige Monate haltbar. *Indicatorgebrauchslösung.* 10 ml Stammlösung füllt man mit absolutem Methanol auf 100 ml auf. Die Lösung ist im Kühlschrank einige Tage haltbar. *Standardisierung.* Man bestimmt den Eiweißgehalt von Serum, Spinalflüssigkeit oder anderen biologischen Flüssigkeiten mit der Biuretmethode von G. R. Kingsley[4] und verdünnt derart, daß man mit dieser Methode (s. unten) Durchlässigkeitswerte von 80—20% erhält. — *Bestimmung in Spinalflüssigkeit.* In eine Photometerküvette, die 4 ml Wasser enthält und sich in einem Wasserbad von 25° C befindet, gibt man 0,02 ml frische Spinalflüssigkeit, setzt 1 ml Indicatorgebrauchslösung und 0,5 ml 0,004 n Essigsäure (täglich frisch ansetzen) zu, wobei man nach jedem Zusatz mischt, beläßt 5 min bei 25° C und

mißt die Durchlässigkeit bei 600 mμ gegen den Blindwert der Reagentien = 100% Durchlässigkeit. Die Farbe ist wenigstens 20 min stabil. Das p_H-Optimum liegt bei 4,7. — *Serum.* Man verdünnt 1 ml frisches Serum mit isotonischer Natriumchloridlösung auf 100 ml und verdünnt dann wieder 2 ml dieser Mischung mit Wasser auf 100 ml. 4 ml dieser Endverdünnung gibt man in eine Photometerküvette, die sich in einem Wasserbad von 20° C befindet, und verfährt weiter wie oben mit der Ausnahme, daß sich die Reaktion bei 20° C abspielt. Das p_H-Optimum beträgt hier 4,1. Tabellarische Zusammenstellungen zeigen, daß die Werte der Methode gut mit denen anderer Verfahren (Trübungsmessung, Biuret) übereinstimmen und reproduzierbar sind.

[1] J. biol. Chemistry **225**, 545—556 (1957). Univ. u. Veterans Admin. Center, Los Angeles, Calif. (USA). — [2] Nietzki, R., u. E. D. Burckhard: Ber. dtsch. chem. Ges. **30**, 175 (1897). — [3] Davis, M. M., u. P. J. Schuhmann: J. Res. nat. Bur. Standards **39**, 221 (1947). — [4] J. Lab. clin. Med. **27**, 840 (1942).

E. Müller, Würzburg

Zur quantitativen Mikrobestimmung von reduzierenden Zuckern in Blut benutzen N. D. Cheronis und M. C. Zymaris[1] die Reaktion von 1 Mol p-Anisyltetrazoliumblau mit 1 Mol Glucose, die zur Bildung eines unlöslichen blauen Diformazans führt. Von den 35 untersuchten Tetrazolverbindungen hat sich das *p-Anisyltetrazoliumblau* (2,2′-Diphenyl-5,5′-p-anisyl-3,3′-dimethoxy-4,4′-biphenylenditetrazoliumchlorid) wegen der Empfindlichkeit des Nachweises von noch 1 μg/ml am besten bewährt. Zur quantitativen Bestimmung wird der unlösliche Formazanniederschlag in Chloroform, Dioxan oder Aceton gelöst. Die besten Bedingungen für die Mikrozuckerbestimmung sind: 1. ein p_H-Wert von 12,5 ± 0,1; 2. eine Konzentration der Tetrazoliumsalzlösung von 1 mg/ml; 3. eine Glucosemenge von 1—100 μg/ml; 4. eine Kochdauer von 45—60 sec mit sofortigem Abkühlen und Verdünnen mit Dioxan oder anderen Lösungsmitteln; 5. Durchführung der Absorptionsmessung innerhalb 1 Std nach dem Verdünnen. — Zur *Blutzuckerbestimmung* werden 0,1 ml *Serum, Plasma* oder *Blut* zu 1,5 ml dest. Wasser gegeben und mit 0,2 ml 5%iger Zinksulfatlösung und 0,2 ml 0,3 n $Ba(OH)_2$-Lösung enteiweißt. Zu 0,5 ml des klaren Zentrifugates gibt man 0,5 ml einer täglich frisch bereiteten Mischung aus 1 Teil 1%iger p-Anisyltetrazoliumblaulösung und 3 Teilen 0,3 m Natronlauge. Die 45 sec erhitzte Mischung wird 3 min in kaltem Wasser gekühlt, auf 10 oder 12,5 ml mit Dioxan verdünnt und im Spektrophotometer bei 615 mμ gemessen. Zur Bestimmung der Standard- und Blindwerte verfährt man ebenso und verwendet an Stelle der Probe 0,1 ml Glucosestandardlösung bzw. 0,1 ml Wasser. Die Berechnung des Blutzuckergehaltes geschieht nach folgender Formel: mg reduz. Zucker in 100 ml Blut = $C \cdot (D_u - D_b)/(D_s - D_b)$, worin D_u Absorption der Probe, D_b Absorption der Standardlösung, D_b Absorption der Reagenslösung (Blindwert) und C Konzentration der Glucosestandardlösung bedeuten. Die Methode ergibt die gleichen Resultate wie das Verfahren von Nelson und Somogyi[2] bzw. von A. Saifer, F. Valenstein und J. Hughes[3].

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 769—783. Brooklyn Coll. und Isaac Albert Res. Inst., Brooklyn, N.Y. (USA). — [2] Reiner, M.: Standard Methods of Clinical Chemistry, Vol. 1. Academic Press, New York 1953, S. 65. — [3] J. Lab. clin. Med. **26**, 1969 (1941).

B. Rossmann

Über die mikrobiologische Bestimmung von Mesoinosit (M-I) mittels des Neurospora crassa-Testes berichtet C. Helleu[1]. Hierfür ist nur eine durch UV-Bestrahlung erzeugte Mutante N. crassa „inositolless" verwendbar, die spezifisch auf M-I anspricht. Verf. gibt je ein Nährmedium für die Konservierung dieses

Stammes sowie für die Durchführung der Wachstumsversuche an. Systematische Versuche mit Anwendung wechselnder M-I-Konzentrationen im Kulturmedium hatten gezeigt, daß die Wachstumskurve von N. crassa „inositolless" nicht geradlinig verläuft. Bei Anwesenheit von bis zu 5 μg M-I im Substrat ist das Wachstum fast gleich Null, liegen M-I-Mengen zwischen 5 und 15 μg vor, so steigt die Kurve steil an und verläuft proportional der vorhandenen M-I-Konzentration, bei Zusatz von mehr als 15 μg M-I jedoch flacht die Wachstumskurve wieder stark ab und verläuft nahezu parallel der X-Achse, so daß sie nicht mehr zur Ermittlung der M-I-Werte geeignet ist. Zusammenfassend stellt Verf. fest, daß die Anwendung des Neurospora crassa-Testes nur mit großer Vorsicht durchführbar ist.

[1] Ann. pharmac. franç. **15**, 159—170 (1957). Fac. Pharmac., Paris (Frankreich).
K. Söllner

Die exakte Bestimmung von Cholesterin (CH) in Gegenwart überschüssiger Glyceride wird nach P. Mandel, R. Bieth und C. Vroussos[1] *colorimetrisch* durchgeführt. — *Arbeitsweise.* Man nimmt die etwa 5 mg CH enthaltende Menge acetonlöslichen Fettes in 2—3 ml 95%igem Alkohol auf, wobei keine vollständige Lösung zu erfolgen braucht, fügt 4 ml einer Aceton-Wassermischung (3 : 1), dann 10 ml einer Lösung von 500 mg Digitonin in 80 ml Chloroform und 20 ml Alkohol zu und reibt mit einem Glasstab bis zum Auftreten einer Fällung, die man nach 30 min langem Stehen zentrifugiert oder absaugt. Man wäscht den Niederschlag 3mal mit einem an Digitonin und Ch gesättigten Gemisch aus Chloroform-Alkohol-Aceton, trocknet bei 110° C und nimmt in 5 ml Eisessig auf, erforderlichenfalls durch leichtes Erwärmen, jedoch nicht über 50° C. Nach dem Zentrifugieren versetzt man 1 ml der Lösung mit 2 ml einer Mischung aus 20 ml Acetanhydrid und 2 ml konzentrierter Schwefelsäure. Nach 30 min langem Stehen bei 25° C im Dunkeln ermittelt man den Extinktionskoeffizienten bei 650 mμ.

[1] Bull. Soc. Chim. biol. **38**, 1373—1375 (1956). Fac. Méd., Straßburg (Frankreich).
K. Söllner

Eine klinische Methode zur Messung der neutralen Gesamt-17-Ketosteroide (17-KS) im Harn beschreiben M. S. Kafka und P. K. Bondy[1]. Es handelt sich um eine Modifizierung des Verfahrens von M. Masuda und H. C. Thuline[2]. — *Arbeitsweise.* 10 ml Harn werden in eine verschließbare Polyäthylenflasche (200 ml Inhalt) pipettiert, mit 3 ml konz. Salzsäure vermischt und 12 min in ein Wasserbad von 85° C getaucht. Dann kühlt man rasch ab, gibt 40 ml Äther zu, schüttelt 10 min in horizontaler Richtung und saugt die untere Schicht (Harn) ab. Ebenso verfährt man nachher beim Waschen des Äthers mit 20 ml 2,5 n Natronlauge und mit 20 ml Wasser. Wenn nötig wird der Äther mit etwas Natriumsulfat getrocknet. Zur 17-KS-Bestimmung pipettiert man 5×5 ml des Ätherextraktes in kalibrierte Röhrchen; zwei von diesen Proben dienen als Farbleerwerte. Nach dem Verdampfen des Äthers fügt man zu drei Proben 0,7 ml der frisch bereiteten Lösung A (2 Tl. 95%iger Alkohol, 3 Tl. 5,0 n wäßrige Natronlauge und 2 Tl. 2%ige äthanolische m-Dinitrobenzollösung). Die beiden Farbleerwerte beschickt man mit 0,7 ml der Lösung B (4 Tl. 95%iger Alkohol und 3 Tl. 5,0 n Natronlauge). Es wird gut geschüttelt und bei Raumtemperatur im Dunklen 90 min stehen gelassen. Nach Zusatz von 2 ml einer frisch bereiteten Lösung C (1 Tl. Amylacetat und 1 Tl. 75%iges Äthanol) verschließt man die Röhrchen, schüttelt gut durch und mißt nach 8 min die Extinktion der oberen Schicht bei 510 mμ. Ein Reagentienleerwert (reine Lösung A) wird gleichermaßen behandelt. Verwendet man als Reagensröhrchen die Küvetten eines Spektrophotometers, dann lassen sich die Proben ohne vorherige Abtrennung der wäßrigen Phase direkt messen. Der Lichtstrahl des Gerätes muß dabei ausschließlich durch die organische Phase gehen. Ein

hierfür brauchbarer Küvettenhalter für das Coleman-Photometer ist im Original abgebildet. Die 17-KS-Mengen im Harn errechnen sich wie folgt: $(ED_s - ED_b)/ED_{st} \times 0{,}008 \times V_h$ = mg 17-KS/24 Std. [ED_s = Extinktion der Probe, ED_b = Extinktion des Farbleerwertes, ED_{st} = Extinktion des Standardwertes (0,01 mg Dehydroepiandrosteron), V_h = Gesamtharnvolumen.]

[1] Clin. Chemistry **3**, 178—184 (1957). Yale Univ. New Haven, Conn. (USA). — [2] J. clin. Endocrinol. Metabol. **13**, 581 (1953). H. Pelzer

Über ein colorimetrisches Verfahren zur Bestimmung von 3-Hydroxykynurenin (HK) in menschlichem Harn berichtet R. R. Brown[1]. — *Ausführung.* Man pipettiert 3mal 3 ml der nach einem von R. R. Brown und J. M. Price früher beschriebenen Verfahren[2] aus Urin gewonnenen HK-Fraktion in 3 Colorimeterrohre und versetzt den Inhalt der Rohre 2 und 3 mit je 0,2 ml 0,25%iger Natriumnitritlösung. Nach 3 min langem Stehen gibt man in jedes der 3 Röhrchen je 0,2 ml 10%ige Ammoniumsulfamatlösung und ergänzt den Inhalt von Rohr 1 mit 0,2 ml Wasser. Dann bestimmt man mit Röhrchen 1 als Leerwert von dem Inhalt aller 3 Röhrchen die optische Dichte bei 367 mμ mit einem modifizierten Beckman DU-Spektrophotometer. Durch Vergleich mit der Extinktion analog behandelter Standard-HK-Lösungen läßt sich der Gehalt des Urins an Gesamt-HK berechnen.

[1] J. biol. Chemistry **227**, 649—652 (1957). Cancer Res. Hosp., Univ. Madison, Wisc. (USA). — [2] J. biol. Chemistry **219**, 985 (1956). K. Söllner

Ein spezifisches Verfahren zur absorptionsspektroskopischen und papierchromatographischen Bestimmung von 3-Amino-1,2,4-triazol in biologischem Material durch Diazotierung des Triazols und Kupplung mit Chromotropsäure beschreiben F. O. Green und R. N. Feinstein[1]. — *Arbeitsweise.* Man mischt die Probelösung mit einem gleichen Volumen 10%iger Trichloressigsäurelösung, filtriert (falls notwendig) und verdünnt mit 5%iger Trichloressigsäurelösung, so daß in der endgültigen Lösung 10—125 μg Aminotriazol enthalten sind. 5 ml der Flüssigkeit versetzt man mit 1 ml 0,01 m Natriumnitritlösung, mischt durch und gibt 1 ml 0,0025 m Chromotropsäurelösung (täglich frisch bereitet) zu. Nach Durchmischen bringt man genau 2,5 min in ein siedendes Wasserbad, kühlt ab und mißt die Absorption bei 525 mμ gegen 5%ige Trichloressigsäure, die man der gleichen Behandlung unterworfen hat. Die Standardabweichung beträgt etwa 2%. Es können noch 10 μg Aminotriazol erfaßt werden. Natürlich vorkommende Chromogene stören bei den angewandten Verdünnungen nicht. — *Zum papierchromatischen Nachweis des 3-Amino-1,2,4-triazols* wird als Lösungsmittel Isopropanol-Wasser-28%iges Ammoniak (80 : 10 : 10) empfohlen. Das getrocknete Papier wird nacheinander mit 0,3 n Salzsäure, 0,5 m Natriumnitritlösung und 0,0025 m Chromotropsäurelösung besprüht, wobei man nach jedem Sprühen das Papier erst trocknen läßt. Auf diese Art können noch 0,2 μg Aminotriazol erkannt werden.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1658—1660 (1957). Argonne Nat. Lab., Lemont, Ill. (USA). A. Mührdel

Zur Trennung von Adenin, Adenosin, Adenosinmono-3-phosphat, Adenosinmono-5-phosphat, Adenosindiphosphat, Adenosintriphosphat, Hypoxanthin, Inosin, Inosinmono-, -di- und -triphosphat, Ortho- und Pyrophosphat werden von P. Cerletti, P. L. Ipata und N. Siliprandi[1] chromatographische Verfahren auf Papier, Cellulosepulversäulen und Papierrollen sowie elektrophoretische Verfahren auf Papier und Cellulosepulversäulen benutzt. Verff. verwenden sowohl auf- als auch absteigende Papierchromatographie. Entwickelt wird mit n-Propanol/Wasser/Trichloressigsäure/Ammoniak, 22° Bé (75 : 20 : 5 : 0,3); die Sichtbarmachung erfolgt

durch Photographie der im UV-Licht entstehenden Flecke. Die anorganischen Phosphate werden durch Besprühen mit 1,25%iger Ammoniummolybdatlösung in 0,5n Schwefelsäure und nach Trocknen mit 0,5%iger Ascorbinsäurelösung sichtbar gemacht. Die R_f-Werte sind: *ATP 0,03; ADP 0,12; AM-5-P 0,41; AM-3-P 0,41; AS 0,59; Ad 0,69; ITP 0,02; IDP 0,07; IMP 0,22; IS 0,38; HX 0,24; PP 0,24* und *OP 0,65*. Durch Elution und Messung der Lichtdurchlässigkeit bei 265 mμ werden im Vergleich mit Lösungen bekannten Gehaltes quantitative Ergebnisse erhalten. Ähnlich wird bei den anderen Verfahren gearbeitet. Die Elektrophorese liefert jedoch die Resultate in kürzerer Zeit. — Die Verfahren sind erfolgreich für *biologisches Material* angewandt worden.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 548—554 (1957). Univ. a. Nat. Res. Unit Enzyme Studies, Rom (Italien). B. Rossmann

Zur quantitativen Bestimmung der Sialinsäuren hatte L. Svennerholm[1] ein mit Orcin-Salzsäurereagens arbeitendes Verfahren angegeben, das den Nachteil hatte, in Gegenwart von Ketohexosen nicht anwendbar zu sein. Nach der Resorcin-Salzsäuremethode von Cole, Hanes, Jackson und Loughman[2] geben Sialinsäuren und Fructose unterschiedliche Färbungen, was dieses Verfahren zur getrennten Erfassung der Sialinsäure neben solchen Zuckern geeignet macht. Auf der Grundlage dieses Reagenses hat L. Svennerholm[3] nun ein Verfahren ausgearbeitet. — *Arbeitsweise.* 2 ml der Lösung, die 10—30 μg N-Acetylsialinsäure oder eine entsprechende Menge anderer Sialinsäuren enthalten, werden in 3 Gläser pipettiert. Zwei dieser Gläser werden mit 2 ml Resorcinreagens (10 ml einer Lösung von 2 g Resorcin in 100 ml Wasser werden zu 80 ml konz. Salzsäure, die 0,25 ml 0,1 m Kupfersulfatlösung enthalten, gegeben; man füllt zu 100 ml mit dest. Wasser auf; mindestens 4 Std vor Gebrauch bereiten; im Kühlschrank 1 Woche haltbar) versetzt, das dritte Glas erhält 2 ml des Blindreagenses, das in der gleichen Weise, aber ohne Resorcin hergestellt wird. In derselben Weise wird mit Standardlösungen verfahren, die 0, 15 und 30 μg N-Acetylsialinsäure in 2 ml enthalten. Wenn die zu untersuchende Probe auch Kohlenhydrate enthält, wird eine Lösung dieser Kohlenhydrate bei zwei verschiedenen Konzentrationen in gleicher Weise behandelt. Die Gläser werden 15 min bei 110° C in einem Ölbad oder im siedenden Wasserbad erhitzt. Nach dem Abkühlen werden 5 ml Amylalkohol zugegeben. (1 Liter Isoamylalkohol wird mit 200 ml konz. Salzsäure gemischt und 1 Woche stehen gelassen, dann wird mit 200 ml Wasser etwa 10mal gewaschen, mit wasserfreiem K_2CO_3 getrocknet und destilliert; verwendet wird die Fraktion zwischen 130 bis 133° C.) Nach heftigem Schütteln stellt man 15 min in Eiswasser und zentrifugiert dann bei 500—1000 U/min. Die Amylalkoholphase wird in 50 mm-Mikroküvetten pipettiert; bei 450 und 580 mμ wird die Extinktion in einem Spektralphotometer gemessen (innerhalb 1 Std nach dem Erhitzen). Die Extinktion der Blindprobe wird von derjenigen der zu untersuchenden Probe abgezogen. Die Berechnung erfolgt mit Hilfe der aus den Standardlösungen von N-Acetylsialinsäure und der aus den Kohlenhydratlösungen gewonnenen Werte. — Zur Bestimmung von Sialinsäure in *Körperflüssigkeiten* läßt sich das beschriebene Verfahren gut verwenden.

[1] Ark. Kemi **10**, 577 (1957); vgl. diese Z. **160**, 58 (1958). — [2] Zitiert nach Bell, D. J.: in: Moderne Methoden der Pflanzenanalyse. Bd. 2, S. 21. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer 1955. — [3] Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) **24**, 604—611 (1957). Univ. Gothenburg (Schweden). L. Acker

Zur Bestimmung von Amylase in Körperflüssigkeiten haben B. W. Smith und J. H. Roe[1] die von ihnen früher angegebene Methode[2] in den Mikromaßstab verlegt und dadurch wesentlich vereinfacht. — *Ausführung.* 2 ml Substratlösung [siehe

unten] werden in einem Reagensglas (15×125 mm) mit 0,1 ml der Testflüssigkeit *(Blut, Serum, Plasma oder Urin)* versetzt und 30 min bei 37° C bebrütet. Anschließend spült man das Reaktionsgemisch mit dest. Wasser in einen 200 ml-Meßkolben, der schon 3 ml 1 n Salzsäure und etwa 100 ml Wasser enthält, gibt 1 ml Jodlösung [siehe unten] zu und füllt mit Wasser zur Marke auf. Ein Kontrollversuch wird gleichzeitig durchgeführt (hierbei wird die Testflüssigkeit jedoch erst nach dem Bebrüten hinzugefügt). Nach 15 min vergleicht man die erhaltenen Farblösungen in einem photoelektrischen Colorimeter bei 620 mμ (das Instrument wird vorher mit Wasser auf 100% Durchlässigkeit eingestellt). Zur Berechnung gilt folgende Gleichung: $D - (D_1/D) \times 6/10 \times 100/0{,}1$ = Amylaseeinheiten/100 ml. (D = optische Dichte der Blindlösung; D_1 = optische Dichte der Testlösung.) Als Amylaseeinheit gilt diejenige Enzymmenge, die unter den angegebenen Reaktionsbedingungen 10 mg Stärke in 30 min soweit hydrolysiert, daß keine Jodstärkereaktion mehr beobachtet werden kann. Die Ergebnisse liegen im Durchschnitt um 21% höher als die nach der früheren Methode[2] erhaltenen Amylasewerte. Diese gibt um 10% niedrigere Werte als das Verfahren von M. Somogyi[3]. — *Pufferlösung* (p_H 7,2). Man löst 2,922 g NaCl, 6,135 g Na_2HPO_4 und 2,286 g KH_2PO_4 in dest. Wasser und füllt im 1000 ml-Meßkolben zur Marke auf. — *Substratlösung.* 300 mg lösliche Stärke werden in einem 100 ml-Meßkolben in etwa 10 ml kalter Pufferlösung suspendiert, mit kochender Pufferlösung zur Marke aufgefüllt und 3 min im kochenden Wasserbad erhitzt. Anschließend läßt man auf 90° C abkühlen. Die erhaltene 0,3%ige Stärkelösung ist im Kühlschrank 14 Tage haltbar, muß jedoch vor dem Pipettieren wieder auf 90° C erwärmt werden. — *Jodlösung.* 18 g KJ und 1,8 g Jod werden in dest. Wasser gelöst und im 1000 ml-Meßkolben zur Marke aufgefüllt.

[1] J. biol. Chemistry **227**, 357—362 (1957). Univ. Washington, D.C. (USA). — [2] Smith, B. W., u. J. H. Roe: J. biol. Chemistry **179**, 53 (1949); vgl. diese Z. **130**, 380 (1949/50). — [3] J. biol. Chemistry **125**, 399 (1938). K. Machner

5. Toxikologische Analyse

Die elektrochromatophoretische Isolierung von Alkaloiden aus biologischem Material bei forensischen Untersuchungen empfehlen Ch. L. Brown und P. L. Kirk[1]. Der hierfür verwendete Apparat wurde von A. Karler, Ch. L. Brown und P. L. Kirk[2] beschrieben. Es wird Schl.& Sch.-Papier 598 benutzt, das mit 0,05 m Ammoniumacetatlösung getränkt ist. Dieses Salz läßt sich nach der Elektrophorese unter einer IR-Lampe durch Sublimation völlig entfernen. Man elektrolysiert im allgemeinen mit 75 V Spannung und einer Stromstärke von 1,5 Milliamp. Die Anwendung höherer Spannungen ergibt zwar eine bessere Trennung der Substanzen, jedoch tritt hierbei zu starke Erwärmung ein. Man trocknet das Papier und bestreicht nach 24 Std mit einer alkoholischen Lösung von Bromphenolblau oder Bromkresolgrün. Die Stärke der Flecken nimmt mit längerem Aufbewahren zu. Auch Jodoplatinatreagens ist zur Erkennung der Alkaloidflecken verwendbar. Weiterhin lassen sich dauerhafte Flecken von Alkaloidpikraten gewinnen, wenn man das dem Startpunkt entgegengesetzte Ende des Papieres mit Pikrinsäure beschickt. Bei der Elektrophorese wandern sich beide Stoffe entgegen und bilden bei ihrem Zusammentreffen gut erkennbare, haltbare Pikratflecken. Verff. führen mit dem beschriebenen Verfahren die Isolierung von *Strychnin, Morphin* und *Chinin* durch.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 720—723. Univ. Berkeley, Cal. (USA). — [2] Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 1585; vgl. diese Z. **157**, 442 (1957). K. Söllner

Namen- und Sachverzeichnis des 163. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

A.B.C.M.-S.A.C. Committee, Bestimmung verschiedener Metalle in den industriellen Abwässern 144

Abd el Raheem, A. A., und Amin, A. M. Eriochrome Blue S. E. as Indicator in Chelatometric Titrations 340 [Or]

Abell, L. L., Levy, B. B., Brodie, B. B., und Kendall, F. E. Bestimmung von Cholesterin 70

Abraham, M. H., Davies, A. G., Llewellyn, D. R., und Thain, M. E. Chromatographische Analyse organischer Peroxyde 292

Abresch, K., und Dobner, W. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium in Hochofenschlacken 396

Adams, R. N., Reilley, C. N., und Furman, N. H. Polarographische Technik 125

Adams, R. N., und Voorhies, J. D. Potentiometrische Polarographie 125. — Siehe auch Lee, J. K.

Adams, S. L., siehe Manna, L.

Adcock, L. H. Bestimmung von Sorbit in Gegenwart von störenden Begleitsubstanzen 214

Adebahr, G., und Reissland, G. Bestimmung von Veronal im Inhalt eines Exanthems 78

Akabori, S., siehe Kuratomi, K.

Albers, R. W., und Lowry, O. H. Bestimmung von Cholesterin 70

Alexa, J. Manganometrische Titration des Uranperoxydes 438

Alimarin, I. P., siehe Bilimovič, G. N.

Alkemade, C. T. J., und Voorhuis, M. H. Zur Frage des Phosphoreinflusses auf die Calciumemission in der Flamme 91 [Or]

Allemand, J., siehe Castro, R.

Allgén, L.-G. Trennung und Identifizierung von Barbituraten in biologischem Material 239

Almy, L. H. Bestimmung von Cystein mit Hilfe des entstandenen Schwefelwasserstoffs 309

Amakasu, O., siehe Itō, A.

Amin, A. M., siehe Abd el Raheem, A. A.

Anderegg, G., Flaschka, H., Sallmann, R., und Schwarzenbach, G. Phthaleinkomplexon 376

Anderson, A. J., und Maclagan, N. F. Bestimmung von Mucoproteiden 240

Anderson, J. R. A., und Garnett, J. L. Nachweis von Zinn durch Fluorescenz im UV-Licht 136

Andersson, O., siehe Bladh, E.

Andrews, A. C., und Lyons, T. D. Colorimetrische Bestimmung von Histamin 74

Ang, C.-Y., und Wert, C. Bestimmung von Sauerstoff in Niob 302

Annino, R., siehe Arthur, P.

Ant-Wuorinen, O., und Visapää, A. Bestimmung der Restsäure in Cellulosefasern 450

Aoki, F., Kurosawa, T., und Yajima, S. Quantitative Analyse eines Gemisches verschiedener Caesiumisotope 132

Artaud, J., Blaise, J., und Gerstenkorn, S. Mischungsverhältnis der Lithiumisotopen ^{7}Li und ^{6}Li 373

Athanassov, B., siehe Guentchev, M.

Arthur, P., Annino, R., und Donahoo, W. P. Bestimmung von C, H und N in organischen Borverbindungen 386

Athávale, V. T., siehe Belekar, G. K.

Atherden, S. M., siehe Fotherby, K.

Atkins, W. R. G., Bestimmung von Ammoniak, Nitrat, Kupfer, Zink und Zuckern in Seewasser 298

Awe, W., und Grote, B. Jodzahlbestimmung 292

Ayres, G. H., und Belknap, H. J. Spektrophotometrische Abtrennung von Platin von Palladium, Rhodium und Iridium 442

Babko, A. K., und Popova, O. I. Bestimmung von Titan im Stahl 303

Bach, A., und Zubakowa, S. Bestimmung der Blutkatalase 319

Bäumler, J. Nachweis von Barbituraten und anderen Schlafmitteln in toxikologischen Fällen 77

Baiulescu, Gh., siehe Pirtea, D.
Bakács-Polgár, E., und Szekeres, L. Bestimmung von Alkalihydroxyden und Alkalicarbonaten nebeneinander 369
Baltzy, R., siehe Harfenist, M.
Bandel, H. Bestimmung von Piperazinsalzen 235
Bapat, M. G., und Tatwawadi, S. V. Spektrophotometrische Titration mit alkalischer Hexacyanoferrat(III)-lösung 291. — Siehe auch Deshmukh, G. S.
Barakat, M. Z., Shehab, S. K., und El-Sadr, M. M. Nachweis von Bilirubin in pathologischem Serum und Urin 159
Baranowski, B., und Fuliński, A. Elektrogravitationstrennung 126
Bartík, M., und Kupka, J. Polarographische Bestimmung von Nitriten und Nitraten nebeneinander 138
Bartlet, J. C. Verfälschung und Zusätze anderer Öle zu Speiseölen 219
Baryšnikova, M. N., siehe Korenman, I. M.
Basak, N. G., siehe Srinivasan, S. R.
Baskin, A. D., siehe Bubernak, J.
Bastian, R., Weberling, R., und Palilla, F. Bestimmung von Nitraten in Erdalkalicarbonatgemischen 394
Battera, M., siehe Costantinides, G.
Batzer, D., siehe Murphy, G. W.
Bauer, H. J. Nachweis von Schlafmitteln in Organteilen und Körperausscheidungen 78
Bauersachs, E., siehe Eckert, G.
Baum, H., siehe Clarke, D. G.
Bažant, V., siehe Houda, M.
Beamish, F. E., siehe Westland, A. D.
Beaumont, R. H., siehe Houff, W. H.
Beck, W., siehe Roth, H.
Belcher, R., Leonard, M. A., und West, T. S. Bestimmung von Cadmium und Mangan 376
Belekar, G. K., und Athávale, V. T. Trennung von Niob, Tantal, Titan, Zinn und Antimon 139
Belknap, H. J., siehe Ayres, G. H.
Bellen, N., und Bellen, Z. Bestimmung des aktiven Farbstoffs im Handelslackmus 154
Bellen, Z. Bestimmung flüchtiger aliphatischer Amine in Urotropin neben Ammoniak 208. — Siehe auch Bellen, N.
Bellen, Z., und Mroczkowska, Z. Bestimmung von 2[Di-(N-acetylsulfanyl)]-aminothiazol 56
Bencze, W. L., und Schmid, K. Bestimmung von Tyrosin und Tryptophan in Proteinen 310
Benerito, R. R., siehe Formusa, K. M.
Beran, P., und Doležal, J. Oscillopolarographisches Verhalten von Gold und einigen Platinmetallen 133. — Bestimmung von Palladium, Iridium, Rhodium durch oscillopolarographische Titration 442
Berger, W., und Elvers, H. Eriochromcyanin als Indicator 128
Berman, S. S., und McBryde, W. A. E. Bestimmung von Iridium 143
Bernhard, K., siehe Flaschenträger, B.
Berueffy, R. R., siehe Hendrickson, M. J.
Betke, K., und Rodig, I. Hämoglobinbestimmung 315
Betke, K., und Savelsberg, W. Hämoglobinbestimmung 314. — Siehe auch Kleihauer, E.
Bieth, R., siehe Mandel, P.
Biggs, R., und Macfarlane, R. G. Bestimmung von Plasmaprothrombin 314
Bigwood, E. J., siehe Crokaert, R.
Bilimović, G. N., und Alimarin, I. P. Technische Durchführung des Isotopenverdünnungsverfahrens 365
Bill, M. E., siehe Resnik, F. E.
Black, W. A. P., und Dewar, E. T. Bestimmung von Nitrat 298
Bladh, E., Karrman, K. J., und Andersson, O. Silberdrahtnetzverfahren zur Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 388
Blaise, J., siehe Artaud, J.
Blake, G. G., Lokalisierung von Flekken auf Papierchromatogrammen 123
Blažek, J., Kráčmar, J., und Stejskal, Z. Bestimmung von 1-Methyl-2-mercaptoimidazol 63
Blažek, J., und Šafařík, L. Bestimmung von Acetanilid 294
Blinn, R. C., und Gunther, F. A. Volumetrische oder colorimetrische Bestimmung von Ammoniak 382
Bobtelsky, M., und Eisenstadter, J. Heterometrische Bestimmung von Silber 133
Bock, R., siehe Gorbach, S.

Bode, H., und Fabian, H. Zur flammenphotometrischen Bestimmung des Kupfers 187 [Or]
Bodor, E., siehe Erdey, L.
Bognár, J., und Jellinek, O. Mercurimetrische Titrationen mit Redoxindicatoren 368
Bohnstedt, U. Verwendung der Indophenolblau-Reaktion zur photometrischen Stickstoffbestimmung 415 [Or]
Boman, H. G., und Westlund, L. E. Chromatographische Trennung von sauren Phosphomonoesterasen und Peroxydasen aus Meerrettich 317
Bondi, A., siehe Budowski, P.
Bondy, P. K., siehe Kafka, M. S.
Borenfreund, E., und Dische, Z. Papierchromatographische Trennung von Zuckern und Nachweis mit Sprühreagens 214
Botalla, G., siehe Monzini, A.
Boutwell jr., J. H. Bestimmung von Harnstoff als Ammoniak mit Neßlers Reagens 459
Bowman, K., siehe van Handel, E.
Boyle, A. J., siehe Epstein, E., sowie Goodwin, J. F., und Zlatkis, A.
Bozzetti, E., und Magrassi, B. Serumelektrophorese bei Trägern maligner Tumoren vor und nach der Bestrahlung 158
Brand, K., siehe McFarren, E. F.
Brandštetr, J., siehe Vřešťál, J.
Brealey, L., und Ross, R. E. Direktanzeigendes Fluorimeter 282
Bricker, C. E., siehe Lee, J. K.
Brisset, R. Abdampfen flüchtiger Lösungsmittel 371
Broddie, B. B., siehe Abell, L. L., sowie Udenfriend, S.
Brown, Ch. L., und Kirk, P. L. Elektrochromatophoretische Isolierung von Alkaloiden aus biologischem Material bei forensischen Untersuchungen 464
Brown, R. R. Colorimetrische Bestimmung von 3-Hydroxykynurenin im menschlichen Harn 462
Bruckner, B. H., siehe Isbell, H. S.
Brustier, V., und Pitet, G., Bestimmung von Arsen durch Einleiten von Schwefelwasserstoff und Chlor 432
Bryce, W. A., siehe Ryce, S. A.
Bubernak, J., und Baskin, A. D. Bestimmung von Kupfer in imprägniertem Baumwolltuch 154
Buchanan, D. L. Entsalzung von Aminosäurelösungen 308
Buděšínský, T. B. Metallindicatoren vom Typus von Eriochromschwarz T 368
Budowski, P., und Bondi, A. Bestimmung von Vitamin A 224
Büchi, J., Papierchromatographie in der Arzneimittelprüfung 57. — Papierchromatographische Trennung der Phloroglucinderivate aus der Wurzel des Wurmfarnes 228
Büchi, J., und Schumacher, H. Papierchromatographische Trennung der Ipecacuanha-Alkaloide und Reinheitsprüfung von Emetin 66
Büchner, M., und Gabsch, H.-C. Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
Bühler, M. Papierchromatographischer Nachweis alkaloidartiger Substanzen im Harn 315
Burger, E. Nachweis von E 605 80
Burnett, H., siehe Zak, B.
Burriel-Martí, F., und Ramírez-Muñoz, J. Flame Photometry 361 [L]
Burriel-Martí, F., Ramírez-Muñoz, J., und Rexach-M. de Lizarduy, M. L. Bestimmung von Sulfat 435
Bush, M. T. Extraktionsgerät zur Extraktion kleiner Substanzmengen aus wässerigen Lösungen 372
Butkiewicz, K., siehe Kemula, W.

Cabaud, P., Leeper, R., und Wróblewski, F. Bestimmung der Glutaminsäure-Oxalessigsäuretransaminase 76. — Siehe auch Wróblewski, F.
Cahmann, H. J., und Kuratsune, M. Bestimmung polycyclischer Kohlenwasserstoffe in Austern 56
Calvin, M., siehe Martell, A. E.
Cambell, N. J., siehe Levy, W.
Campbell, C., siehe Gordon, S.
Campbell, D. J., siehe Helgren, P. F.
Campbell, E. A., siehe Ramsay, W. N. M.
Caputo, A., siehe Dose, K.
Carpenter, K. J., Gotsis, A., und Hegsted, D. M. Mikrobestimmung von Gesamtcholesterin im Serum 70
Carpov, A., siehe Modreanu, F.
Carsten, M. E. Entsalzung von Aminosäurelösungen 308
Casby, J. U., siehe Eisenman, G.
Cassia, B., siehe Pittera, A.
Castro, R., Allemand, J., und Poussardin, R. Bestimmung von Stickstoff in molybdänhaltigen Stählen 304

Catch, J. R. Herstellung und Analyse von radioaktiven Verbindungen 127
Cavina, G., und Tentori, L. Bestimmung der 3-Hydroxy-17-ketosteroide im Harn 159
Čelechovský, J. und Holer, J. Photometrische Bestimmung von Fluorid 438
Ceriotti, G., und Spandrio, L. Bestimmung von Tyrosin in Proteinhydrolysaten 309
Čerkesov, A. I., und Žigalkina, T. S. Mikroanalytische Bestimmung von Kobalt 441
Cerletti, P., Ipata, P. L., und Siliprandi, N. Trennung von Adenin, Adenosin in verschiedenen Verbindungen 462
Chadde, F. E., siehe Helgren, P. F.
Chadejev, V. A., siehe Ždanov, A. K.
Chalilova, V. Ch., siehe Ždanov, A. K.
Chalmers, R. A., und Dick, D. M. Trennung der Elemente der Kupfer- und Arsengruppe mit Hilfe der Reaktion Sn^{II}-Hg^{II} 366
Chang, T.-Ch. L., und Karr jr., C. UV-spektralphotometrische Bestimmung kleiner Mengen von Pyridinbasen 43
Charlton, F. E. Automatische Apparatur zur Mikrobestimmung von Stickstoff 203
Cheng, K. L., siehe Lott, P. F.
Cherney, P. J., siehe Zak, B.
Cheronis, N. D., und Zymaris, M. C. Mikrobestimmung von reduzierenden Zuckern in Blut 460
Chiesa, L., siehe Sensi, P.
Chovin, P., siehe Moureu, H.
Christie, D. R., siehe Houff, W. H.
Ciaccio, L. L., Missan, S. R., McMullen, W. H., und Grenfell, T. C. Nichtwäßrige Titration 1,4-disubstituierter Piperazine 236. — Siehe auch Pazdera, H. J.
Cimmergakl, V. A., und Kazakovceva, T. D. Polarographische Bestimmung von Blei und Thallium in Indium 299
Clark, R. E. D. Nachweis von Arsen und Germanium 138
Clark, R. T., siehe Wood, D. F.
Clark, S. J., und Morgan, D. J. Bestimmung sekundärer aliphatischer Amine 443
Clarke, D. G., Baum, H., Stanley, E. L., und Hester, W. F. Nachweis von Rückständen von Dithiocarbaminat-Fungiciden 400
Clarke, E. G. C. Mikrochemischer Nachweis von therapeutisch verwendeten Antihistaminicis 59
Clarke, E. G. C., und Williams, M. Bestimmung von Antihistaminicis 59
Cohen, P. P., siehe Koritz, J. B.
Colas, A., siehe Fotherby, K.
Coleman, H. J., siehe Thompson, C. J.
Coll, H., siehe West, Ph. W.
Collier, A., Ray, S., und Magnitzky, A. W. Bestimmung von Zuckern in Seewasser 298
Cooper, J. R., siehe Udenfriend, S.
Corazza, A., siehe Luis, P.
Costantinides, G., und Battera, M. Bestimmung von Asche in Heizölen 397
Coupez, J. Elektrochemische Reduktion von Wasser und seinen Ionen 289. — Polarisationskurven von Lösungen schwacher Säuren und von Puffergemischen 289
Cowan, J. C., siehe Frankel, E. N.
Cozzi, D., und Raspi, G. Bestimmung von Vanadium(V)-oxychlorid 434
Cremer, H. D., und Tiselius, A. Papierelektrophoretische Technik 312
Crokaert, R., Moore, S., und Bigwood, E. J. Identifizierung von Taurinen im Harz 239. — Siehe auch Schram, E.
Crouthamel, C. E. Photometrische Bestimmung von Technetium 439
Csányi, L. J., und Solymosi, F. Analyse des Systems Wasserstoffperoxyd-Schwefelsäure 370
Curry, R. P., und Mellon, M. G. Spektralphotometrische Bestimmung von Fluoriden und organisch gebundenem Fluor 141

Darbre, A., und Norris, F. W. Bestimmung von Inosit in ungekeimter Bohnensaat 399
Datta, S. K. Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part VII. Gravimetric Determination of Uranium with Phenyl Glycine-o-Carboxylic Acid 349 [Or]. — Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part VIII. Spectrophotometric Determination of Uranium with 1-Nitroso-2-Hydroxy-3-Naphthoic Acid 403 [Or]. — Bestimmungs- und Trennungsmöglichkeiten von Zirkonium und Thorium 137
Davies, A. G., siehe Abraham, M. H.
Dean, J. A., und Thompson, C. Flammenphotometrische Bestimmung von

Borsäure 377. — Siehe auch Willard, H. H.
Debras, J., siehe Voinovitch, I. A.
Decker, P. Nachweis von Indol-3-carbonsäure 160
Dehmel, P., siehe Gottschalk, G.
Delga, J., und Storck, J. Komplexometrische Bestimmung von Wismut in Arzneimitteln 58
De Mars, R. D., siehe unter „M"
Deschamps, P., Bestimmung von Eisen in Wasser 145
Deshmukh, G. S., und Bapat, M. G. Spektralphotometrische Titrationen 291
Dewar, E. T., siehe Black, W. A. P.
Dick, D. M., siehe Chalmers, R. A.
Dickenman, R. C., siehe Zak, B.
Dische, Z., siehe Borenfreund, E.
Ditges, D., siehe Koch, W.
Dobner, W., siehe Abresch, K.
Dodson, V. H. Bestimmung der Dissoziationskonstanten zweibasischer Säuren 370
Doležal, J., siehe Beran, P.
Donahoo, W. P., siehe Arthur, P.
Dose, K. Verbesserung der Totalanalyse von Proteinhydrolysaten 311
Dose, K., und Caputo, A. Totalanalyse von Proteinhydrolysaten 311
Doskočil, J., siehe Doskočilová, D.
Doskočilová, D., Paříkzková, H., und Doskočil, J. Bestimmung von Phenoxyessigsäure neben Phenoxymethylpenicillin 233
Dounce, A. L., siehe Kay, E. R. M.
Drozdov, N. P., und Popov, A. N. Bestimmung des Sulfogruppengehaltes im Kationit Sulfokohle 47
Drushel, H. V., und Miller, J. F. Bestimmung von aliphatischen Sulfiden in Petroleum 48
Dryssen, D. Trennung von Yttrium-90 von Strontium-90 136
Duffendack, O. S., und Wolfe, R. A. Anwendung des Zugabeverfahrens in der Spektralanalyse 283
Duggan, D. E., siehe Udenfriend, S.
Van Duin, H. Gültigkeitsbereich verschiedener Beziehungen in der Säulenchromatographie 284
Duke, E., siehe Wadsworth, R.
Dunajevskaja, K. A., siehe Michailova, L. A.
Dunbar, R. E., und Moore, C. C. Nachweis von Carbonsäuren mit Hilfe ihrer Anilide 210
Durbetaki, A. J. Bestimmung von Alpha-Epoxyden mit tertiärem C-Atom 42
Du Rietz, C., siehe unter „R"
Dussum, E. L. Papierelektrophoretische Technik 312. — Siehe auch Langan, T. A., sowie Williams jr., F. G.
Dutcher, J. D., siehe Pan, S. C.
Duval, Cl., siehe Servigne, Y.
Dykes, F. W., siehe Shank, R. C.

Eberius, E., und Kempf, W. Wasserbestimmung in Stärken, Stärkederivaten und Stärkenebenprodukten 53
Ebert, F., und Wagner, A. Störfehler bei röntgen-fluorescenzspektroskopischen Messungen 282
Eckert, G., und Bauersachs, E. Analyse von Nickellegierungen für Oxydkathoden. 7. Mitteilung. Die Bestimmung des Wolframs 161 [Or]
Eder, R., und Schneiter, W. Bestimmung von Santonin 60
Van Eijk, J. L. Papierchromatographische Daten von Histamin, Cholin, Putrescin und Tyramin 75
Eisenman, G., Rudin, D. O., und Casby, J. U. Eignung von Glaselektroden zur Bestimmung des Natriumgehaltes in biologischem Material 155
Eisenstadter, J., siehe Bobtelsky, M.
Elliot jr., H. C. Mikrobestimmung von Hippursäure im Urin 69
El-Sadr, M. M., siehe Barakat, M. Z.
Elvers, H., siehe Berger, W.
Elwell, W. T., und Peake, D. M. Bestimmung von Sauerstoff in Titan und Titanlegierungen 148
Elwell, W. T., und Wood, D. F. Bestimmung von Kohlenstoff in Titan und Zirkonium 148
Emr, A., siehe Körbl, J.
Engelbrecht, H.-J., siehe Runge, F.
Ennor, A. H., siehe Rosenberg, H.
Epp, A. Infrarot-Absorptionsspektren von p-azophenyl- und o-nitro-substituierten 3-Phenyl-2-thiohydantoinen verschiedener Aminosäuren 67
Epstein, E., Maddock, W. O. und Boyle, A. J. Tüpfelprobe auf Steroide 72
Erdey, L., und Pólos, L. Chelatometrische Bestimmung von Zn, Pb und Cd unter Verwendung von Variaminblau 376
Erdey, L., und Svehla, G. Analytische Anwendung der ascorbinometrischen Bestimmung von Hexacyanoferrat-(III). Teil I. Ascorbinometrische

Bestimmung von Hexacynoferrat(II)-, Chromat- und Permanganationen 6 [Or]
Erdey, L., Zalay, E., und Bodor, E. Oxydationsmechanismus des Indicators Variaminblau 367. — Siehe auch Paulik, F.
Esposito, G. G., und Swann, M. H. Nachweis von Oiticicaöl 449
van Etten, C. H., und McGrew, C. E. Bestimmung von Fumarsäure in Fermentationslösungen 454
von Euler, U. S., und Hamberg, U. Colorimetrische Bestimmung von Adrenalinderivaten 59
Evans, C. D., siehe Frankel, E. N.
Everson, H. E., siehe Firsching, F. H.

Fabian, H., siehe Bode, H.
Farr, A. L., siehe Lowry, O. H.
Farrington, P. S., siehe Sawyer, D. T.
Fasel, M., siehe Monnier, D.
Fauth, M. I., siehe Stalcup, H.
Feigl, F., und Goldstein, D. Nachweis von o-Aminophenol und Glyoxal in der Tüpfelanalyse 30 [Or]. —Verwendung von p-Nitrosodimethylanilin und p-Dimethylaminobenzaldehyd in der Tüpfelanalyse 443
Feinstein, H. I. Absorptionsspektren von Uranchelaten in β-Diketonen 437
Feinstein, R. N., siehe Green, F. O.
Fennell, T. R. F. W., Roberts, M. W., und Webb, J. R. Bestimmung von Phosphor in fluorhaltigen organischen Verbindungen 203
Ferguson, P. A., siehe Perrin, C. H.
Fernando, Q., und Thirunamachandran, T. Dissoziationskonstanten des 4-Hydroxybenzthiazols als Säure und Base 296
Fett, E. R., siehe Malmstadt, H. V.
Finnie, T. M., und Yallop, H. J. Nitratnachweise zur Untersuchung von organischen Nitrat- und Nitraminsprengstoffen 400
Firsching, F. H., und Everson, H. E. Bestimmung der Wirksamkeit eines Reinigungsmittels für metallische Milchkannen 154
Fischer, V., siehe Sass, S.
Fişel, S., siehe Modreanu, F.
Flaschenträger, B., und Bernhard, K. Nachweis von Furandicarbonsäure-(2,5) 74
Flaschenträger, B., und Kamel, B. S. Papierchromatographischer Nachweis der Furandicarbonsäure-(2,5) im Menschenharn 74
Flaschka, H. Äthylendiamintetraessigsäure als Maskierungsmittel in der analytischen Chemie 130. — Siehe auch Anderegg, G.
Fleischer, K. D., Southworth, B. C., Hodecker, J. H. und Tuckerman, M. M. Bestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 386
Fletcher, K. Aufteilung der Jodfraktionen im Harn 456
Fletcher, N. W., und Wardle, E. Bestimmung von Wismut in Blei und Bleilegierungen 147. — Bestimmung von Tellur in Blei und Bleilegierungen 148
Foote, F. J. Titrimetrische Bestimmung von Borsäure 377
Formusa, K. M., Benerito, R. R., Singleton, W. S., und White, J. L. Färbemethoden zur papierelektrophoretischen Serumproteinbestimmung in Gegenwart von Fettemulsionen 312
Fornwalt, D. E. Bestimmung kleiner Nickelgehalte und kleiner Borgehalte in Vernickelungsbädern 395
Forsling, W., siehe Oelsner, G.
Fotherby, K., Colas, A., Atherden, S. M., und Marrian, G. F. Isolierung von 16α-Hydroxydehydroepiandrosteron 73
Foulon, A. Bestimmung kleiner Chrommengen im Stahl 306
Franke, H., siehe Runge, F.
Frankel, E. N., Evans, C. D., und Cowan, J. C. Bestimmung von Tocopherol in oxydierten Fetten 225
Franzke, C., und Ittrich, G. Bestimmung von Linol- und Linolensäure durch Bromaddition 211
Freeman, K. A., und Ritchie, C. D. o-Sulfobenzaldehyd und seine Isolierung für analytische Zwecke 366
Frisone, G. J., siehe Rosenthal, I.
Fritz, J. S., Moye, A. J., und Richard, M. J. Analyse von nitrierten oder chlorierten aromatischen Aminen 40
Fritzpatrick, J. D., siehe Ish-Shalom, M.
Frömming, K.-H., siehe Schenk, G.
Frohnecke, L., siehe Schenk, G.
Fromme, I., Himmelspach, K., Lüderitz, O., und Westphal, O. Bestimmung von Abequose und Tyvelose nach Säurehydrolyse aus den Lipopolysacchariden von gram-negativen Bakterien 67
Frush, H. L., siehe Isbell, H. S.

Fuchs, L., Soos, E., und Kabert, I. Bestimmung von Digitalisglykosiden 61
Fujimoto, M. Mikroanalytische Nachweise mit Hilfe von Ionenaustauschern 362
Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.
Fulinski, A., siehe Baranowski, B.

Gabsch, H.-C., siehe Büchner, M.
Gagliardi, E., und Reimers, H. Bestimmung des Natriums als Tripelsalz 373
Gál, S., siehe Paulik, F.
Gallo, G. G., siehe Sensi, P.
Gálvez-Laguarta, E. M. Anwendung verdünnter Reagentien in der qualitativen Analyse auf nassem Wege 365
Gantschew, N. Nachweis von Quecksilber(II)-sulfid 377
Garate, E., und Garate, T. Bestimmung von Blei in Legierungen, z. B. in Lagermetallen 300
Garate, T., siehe Garate, E.
Garis jr., J. J., siehe Siggia, S.
Garnett, J. L., siehe Anderson, J. R. A.
Garratt, D. C., Johnson, C. A. und Lloyd, C. J. Gravimetrische Bestimmung von Morphin in Opium und in galenischen Präparaten 65
Gast, P. W., siehe Turekian, K. K.
Geisler, J., siehe Kemula, W.
Gelman, N. E., Koršun, M. O., und Ševeleva, N. S. Schnellbestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in fluororganischen Verbindungen 385
Gerngross, O., Voss, K., und Herfeld, T. Bestimmung von Tyrosin 309
Gersten, B. Colorimetrische Phosphorbestimmung in Futtermitteln und Fischmehlen 453
Gerstenkorn, S., siehe Artaud, J.
Gerthsen, C. Physik. Ein Lehrbuch zum Gebrauch neben Vorlesungen 121 [L]
Getchell, G., siehe Kingsley, G. R.
Ghe, A. M. Papierchromatographische Bestimmung von Germanium neben Al, Pb, As, Zn, Cd, Sn und Fe in Flotationskonzentraten 394
Giarnieri, D. Bestimmung von Cholesterin im Blut 71
Gil-Av, E., Herling, J., und Shabtai, J. Trennung verschiedener Methylcyclohexene und Methylencyclohexan 295
Gilchrist, R., und Wichers, E. Trennung von Edelmetallen 442
Godderham, W. J. Trennung und Analyse brennbarer Gase 130
Goddu, R. F. Bestimmung von Doppelbindungen in aliphatischen Kohlenwasserstoffen 206.
Goetz, C. A., siehe Wadsworth, E.
Goldstein, D., siehe Feigl, F.
Gollub, S., Kaplan, F. E., Meranze, D. R., und Schlechter, D. C. Herstellung von Thromboplastin 314. — Siehe auch Ulin, A. W.
Golner, J. J., siehe Troupe, R. A.
Goodall, McC., siehe Kirshner, N.
Goodwin, J. F., Hahn, R. B., und Boyle, A. J. Chlorsäuremethode zur Bestimmung des proteingebundenen Jods 457
Gorbach, S., und Bock, R. Bestimmung kleiner Mengen von Triphenylzinnacetat in Pflanzenmaterial 429 [Or]
Gordon, S., und Campbell, C. Bürette mit elektronischer Registrierung der Volumenänderung 372
Gotô, H., und Kakita, Y. Photometrische Bestimmung von Zinn in Eisen und Stahl mit Natrium-Diäthyldithiocarbaminat 303
Gotô, H., Kakita, Y., und Namiki, M. Bestimmung von Titan in Eisen, Stahl und anderen Metallen 303
Gotsis, A., siehe Carpenter, K. J.
Gottschalk, G., und Dehmel, P. Statistik in der chemischen Analyse. III. Die Prüfung der Ergebnisse photometrischer Eichmessungen auf Erfüllung des Lambert-Beerschen Gesetzes 273 [Or]. — Statistik in der chemischen Analyse. IV. Auswertung photometrischer Eichmessungen bei Erfüllung des Lambert-Beerschen Gesetzes 330 [Or]
Goudswaard, A. Identifizierung von Sulfonamiden 229
Grabar, P., und Williams, C. A. Imunoelektrophoretische Technik 313. — Siehe auch Uriel, J.
Gráf, F., siehe Matsch, E.
Grassmann, W., Hannig, K., und Plöckl, M. Papierelektrophoretische Technik 398
Grassmann, W., Hörmann, H., und Hafter, R. Colorimetrische Bestimmung von Kohlenhydraten als Osazone in Kollagen, Prokollagen und Gerbstoffglucosiden 455
Grat-Cabanac, M. Photometrische Bestimmung von Eisen in Phosphorsäure und Phosphaten 395

Grečiščeva, I., siehe Lavruchina, A. K.
Green, F. O., und Feinstein, R. N. Spezifische Bestimmung von 3-Amino-1,2,4-triazol in biologischem Material 462
Greene, F. L., siehe Resnik, F. E.
Grenfell, T. C., siehe Ciaccio, L. L., sowie Pazdera, H. J.
Grewe, R. Schmelzpunktbestimmung anorganischer Stoffe 370
Griffith, C. B., siehe Mallett, N. W.
Griffiths, V. S., und Jackman, M. I. Bestimmung von gelöstem Sauerstoff in Wasser nach Winkler 391
Grote, B., siehe Awe, W.
Grubitsch, H., und Nilsen, B. R. Zur Titration des Mangans mit amperometrischer Endpunktsanzeige 353 [Or]
Grütz, W., siehe Köster, P.
Guagnini, O. A., siehe Vonesch, E. E.
Guennelon, R. Thermogravimetrie zur Analyse von Bodenproben 151
Guentchev, M., und Athanassov, B Farbreaktionen zum Nachweis aromatischer Amine zur Unterscheidung ihrer Isomeren 294
Gunther, F. A., siehe Blinn, R. C.
Györbiró, K., siehe Proszt, J.

Haas, W., siehe Musil, A.
Hadorn, H., und Suter, H. Bestimmung von Coffein in „coffeinfreiem" Kaffee 222
Häusermann, H., und Schecker, H.-J. Reinheitsprüfung von Opiumalkaloiden 64
Häussler, A. Polarimetrische Bestimmung von Zucker in Harn nach Verabreichung von Tetracyclin 158
Hafter, R., siehe Grassmann, W.
Hahn, F. L. Die Endpunktsbestimmung bei potentiometrischen Analysen 169 [Or]
Hahn, R. B., siehe Goodwin, J. F.
Hallgren, B., Stenhagen, E., und Ryhage, R. Analyse von Fettsäuregemischen 211
Hamberg, U., siehe von Euler, U. S.
Handel, E. van, Zilversmit, D. B., und Bowman, K. Bestimmung von Serum-Triglyceriden 238
Hannig, K. Kontinuierliche Ablenkungselektrophorese 364. — Siehe auch Grassmann, W.
Hansen, W. R., und Mallett, M. W. Bestimmung von Sauerstoff in Niob 302
Harfenist, M., und Baltzy, R. 4-Sulfonamid-benzoldiazoniumchlorid-lösung zur Bestimmung der Esteraseaktivität 318
Harimaya, K., siehe Suzuki, S.
Harrison, E., siehe Sall, Th.
Harrow, L. S., siehe Resnik, F. E.
Hartkamp, H., siehe Specker, H.
Hartmann, H., siehe Schneer, A.
Harva, O., und Keltakallio, A. Gaschromatographische Bestimmung von Argon neben H_2, N_2, CO und CO_2 373
Hasegawa, M., siehe Yoshida, S.
Havíř, J., siehe Vřešťál, J.
Hegsted, D. M., siehe Carpenter, K. J.
Heicklin, L., siehe Witter, R. F.
Helgren, P. F., Chadde, F. E., und Campbell, D. J. Bestimmung von Theophyllin, Pentobarbital und Papaverin in Tabletten 63
Helgren, P. F., Theivagt, J. G., und Campbell, D. J. Bestimmung des Anticholinergicums Tral 228
Heller, H. Bestimmung der Blutkatalase 319
Helleu, C. Mikrobiologische Bestimmung von Mesoinosit mit Neurospora crassa-Test 460
Hendrickson, M. J., Berueffy, R. R., und McIntyre, A. R. Anordnung der Analyse von Chlorophyllderivaten 285
Hennart, C., und Merlin, E. Alkalimetrische Titrationen im wasserfreien Medium 290. — Bestimmung des organisch gebundenen Fluors 204. — Komplexometrische Bestimmung der Ester von Oxalsäure und ihrer Chloride 212
Hercules, D. M., und Rogers, L. B. Fluorimetrische Bestimmungsmethoden für α- und β-Naphthole 446
Herd, R. L. Gravimetrische Bestimmung von Quecksilber als Strychnin. HgJ_3 226. — Untersuchung von pharmazeutischen Quecksilberverbindungen 227
Herfeld, T., siehe Gerngross, O.
Herkenhoff, K., siehe Neuberger, A.
Herling, J., siehe Gil-Av, E.
Hester, W. F., siehe Clarke, D. G.
Heusghem, C., und Jehotte, J. M. Bestimmung von Äthinyloestradiol in pharmazeutischen Präparaten 231
Hewaidy, E. F., siehe Issa, I. M.
Heyrovský, A. Bestimmung der Tetraphenyloborate von Alkalien und organischen Basen 369

Himmelspach, K., siehe Fromme, I.
Hinsvark, O. N., und O'Hara, F. J. Bestimmung des Gesamtschwefels in Erdölprodukten 47
Hintzsche, E. Arbeitsweisen zur Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 389
Hirs, C. H. W., Moore, S., und Stein, W. H. Chromatographische Technik 59
Hodecker, J. H., siehe Fleischer, K. D.
Högström, G. Fließmittel für papierchromatographische Entwicklung von Aminosäuren, Zuckern und organischen Säuren 287
Hörmann, H., siehe Grassmann, W.
Hoffpauir, C. L., siehe Pons jr., W. A.
Hogsett, J. N., Kacy, H. W., und Johnson, J. B. Analyse von Allethrin 155
Holer, J., siehe Čelechovský, J.
Holmes, J. C., siehe Resnik, F. E.
Horáček, J., und Körbl, J. Silberhaltige Katalysatoren für die Verbrennungselementaranalyse 202. — Mikro- und Halbmikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in fluorhaltigen organischen Substanzen 202
Houda, M., Körbl, J., Bažant, V., und Přibil, R. Komplexometrische Bestimmung von Aluminium 378
Houff, W. H., Christie, D. R., und Beaumont, R. H. Analyse aromatischer Sulfonierungsgemische 448
Houk, W. W., siehe Silvermann, L.
Hrdý, O., Jindra, A., Jung, Z., Šlouf, A., und Zýka, J. Quantitative Arzneimittelanalyse 56 [L]
Hrdý, O., und Urbanová, L. Bestimmung von Pyridoxin in pharmazeutischen Präparaten 234
Huber, H., siehe Kainz, G.
Hubická, K. Bestimmung von Ascorbinsäure 225
Hudgens, J. E., siehe Moore, F. L.
Huff, G. A., siehe Shank, R. C.
Hughes, J., siehe Saifer, A.
Huhn, H., und Jenckel, E. Bestimmung von Maleinsäure und Maleinsäureanhydrid nebeneinander 427 [Or]
Hummel, D. Kunststoff-, Lack- und Gummianalyse, chemische und infrarotspektroskopische Methoden 389 [L]
Hurwitz, J. K. Spektrographische Analyse von Ausscheidungen mit der dynamischen Mikrovolumen-Technik 361
Illing, G. Papierchromatographische Trennung von Carbonsäuren, Dicarbonsäuren und Lactonen 211
Inesi, G., und Dessi, P. Bestimmung der freien löslichen Proteine im Rattenhirn 157
Inglis, A. S. Mikrobestimmung von Alkoxylgruppen 207
Inoue, Y., siehe Sogami, M.
Ipata, P. L., siehe Cerletti, P.
Isbell, H. S., Frush, H. L., Bruckner, B. H., Kowkabany, G. N., und Wampler, G. Konstitutionsaufklärung von Polysacchariden 39
Ishibashi, M., und Fujinaga, T. Schalter für die Polarographie 125
Ish-Shalom, M., Fritzpatrick, J. D., und Orchin, M. UV-Analyse eines Zweikomponentensystems 284
Issa, I. M., Issa, R. M., Hewaidy, E. F., und Omar, E. E. Polarographische Bestimmung von Mangan als Triäthanolaminkomplex 142
Issa, R. M., siehe Issa, I. M.
Itō, A., und Amakasu, O. Bestimmung von Steroidpräparaten durch IR-Spektrophotometrie 230
Ittrich, G., siehe Franzke, C.
Ivanoff, C., siehe Ivanoff, D.
Ivanoff, D., Ivanoff, C., Marécoff, N., und Ognianoff, I. Bestimmung des ätherischen Öles von Rosa Damascena 227
Ivanoff, D., Marécoff, N., Pavlova, S., und Ivanova, L. Chromatographische Bestimmung von Kohlenwasserstoff in Rosenöl 227
Ivanova, L., siehe Ivanoff, D.
Iwantscheff, G. Das Dithizon und seine Anwendung in der Mikro- und Spurenanalyse 282 [L]
Izáková, K. Komplexometrische Bestimmung von Calcium neben größeren Mengen Magnesium 134
Izmajlov, N. A., Vajl, Je. I., Kudelja, A., und Mirnaja, A. Potentiometrische Titration von Salzen in differenzierenden Lösungsmitteln 129

Jackman, M. I., siehe Griffiths, V. S.
Jackwerth, E., siehe Specker, H.
Janot, M. M., und Mouton, M. Gravimetrische Bestimmung von Santonin 60
Jefremova, L. N., siehe Michailova, L. A.
Jehotte, J. M., siehe Heusghem, C.
Jellinek, O., siehe Bognár, J.
Jenckel, E., siehe Huhn, H.

Jencks, W. P., siehe Langan, T. A.
Jensen, F. W., Watson, G. M., Vela, L. G., Meßgerät für Hochfrequenztitrationen 127
Jindra, A., siehe Hrdý, O.
Jirgl, V. Papierchromatographie freier Aminosäuren im Blut 156
Joffe, B. V., und Sergejeva, Z. I. Bestimmung der Amide von Carbonsäuren durch Verseifung 444
Johnson, C. A., siehe Garratt, D. C. sowie Kassner, E. W.
Johnson, J. B., siehe Hogsett, J. N.
Jokl, V. Elektrochromatographische Verteilung von Alkaloiden 66
Joshi, B. C., und Tewari, J. D. Untersuchung von Pflanzenschleimen 232
Joux, J. L. Papierchromatographischer Nachweis der Antiseptica Benzoesäure, Chlorbenzoesäure, Salicylsäure und p-Hydroxybenzoesäure in Lebensmitteln 222
Jovanović, J. D., siehe Krajčinović, M.
Jovtscheff, A., siehe Rankoff, G.
Junie, V., siehe Poper, E.
Jung, Z., siehe Hrdý, O.
Juránek, J. Ultramikroanalyse von Gasen 131. — Ultramikroanalyse verbrennlicher organischer Stoffe, z. B. von Kohlenwasserstoffgemischen 291. — Bestimmung von Kohlendioxyd in Gasen 146

Kabert, I., siehe Fuchs, L.
Kacy, H. W., siehe Hogsett, J. N.
Kafka, M. S., und Bondy, P. K. Bestimmung der neutralen Gesamt-17-Ketosteroide im Harn 461
Kainz, G., Huber, H., und Kasler, F. Reaktion primärer Aminogruppen mit Nitrosylbromid 208
Kakita, Y., siehe Gotô, H.
Kamel, B. S., siehe Flaschenträger, B.
Kamp, W., und Knop, C. J. Trennung von Oxalsäure, Citronensäure, Weinsäure und Milchsäure 213
Kapišinská, V., siehe Šingliar, M.
Kaplan, F. E., siehe Gollub, S.
Karavaev, N. M., und Venier, I. M. Bestimmung von Indol in Teerfraktionen 46
Karr jr., C., siehe Chang, T.-Ch. L.
Karrman, K. J., siehe Bladh, E.
Kashyap, G. P., siehe Singh, B.
Kasler, F., siehe Kainz, G.
Kassner, E. W., Johnson, C. A., und Terry, N. A. Bestimmung von Santonin 60
Kawabata, H., Tomioka, S., und Umeno, K. Bestimmung von Glucuronsäure 39
Kawane, M., siehe Takahashi, M.
Kay, E. R. M., Simmons, N. S., und Dounce, A. L. Darstellung von Desoxyribonucleinsäure 76
Kazakovceva, T. D., siehe Cimmergakl V. A.
Kedde, D. L., Reagentien zum Entwickeln der Cardenolide 232
Kellie, A. E. Bestimmung von 17-Oxosteroiden 73
Kelsey, D. Allethrin-Analysen nach der Methode von Hogsett, Kacy und Johnson 155
Keltakallio, A., siehe Harva, O.
Kempe, G., siehe Lehmann, H.-A.
Kempf, W., siehe Eberius, E.
Kempiński, O., siehe Zagórski, Z.
Kemula, W., und Butkiewicz, K. Pulverisierung, Quellen und Präparierung des Gummis für die Füllung von Säulen bei chromatopolarographischen Studien 124
Kemula, W., Butkiewicz, K., Geisler, J., und Sybilska, D. Trennung von Mono- Di- und Trinitrobenzoesäure 124
Kemula, W., und Krzemińska, A. Trennung von p-Nitro-, Dinitro- und Trinitrotoluol 124
Kemula, W., Sybilska, D., und Geisler, J. Quantitative Bestimmung der Mischungen von o- und p-Chlornitrobenzol und o- und p-Nitroanilin 124
Kendall, F. E., siehe Abell, L. L.
Kerr, L. M. H. Bestimmung von ungebundenem Eisen in Knochenmark 156
Kersten, W. Übersicht über die Karl-Fischer-Titration für die Wasserbestimmung 130
Kertes, A. S. Zusammenhang zwischen Stabilitätskonstanten und R_M-Werten von Metallkomplexen 285. — R_f-Werte und Dielektrizitätskonstanten in der Papierchromatographie 286. — Papierchromatographie von Metallkomplexen 286
Khalifa, H. Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium; Potentiometric Estimation of Aluminium and Manganese 81 [Or]. — Siehe auch Tomić, E.
Kick, H. Die flammenphotometrische Strontiumbestimmung in Gegenwart von Ca, Ba, Mg und Y für agrikulturchemische Zwecke in Bodenauszügen und Pflanzenaschen 252 [Or]

Kikuchi, T., Yamada, A., Nakano, K. Hochfrequenztitrationen 127
King, E. R., siehe Spencer, R. P.
Kingsley, G. R., und Getchell, G. Bestimmung von Eiweiß in der Cerebrospinalflüssigkeit und im Serum 459
Kinney, C. R., und Love, D. L. Chinoncharakter der Oxydationsprodukte bituminöser Kohle 45
Kirk, P. L., siehe Brown, Ch. L.
Kirkland, J. J., und Yoe, J. H. p-Nitrosodimethylanilin zur Trennung von Palladium und Platin 143
Kirshner, N., und Goodall, McC. Abtrennung von Adrenalin, Noradrenalin und Hydroxytyramin 59
Kissa, E. Mikrobestimmung von C und H in Verbindungen, die Alkali und Erdalkali enthalten 386.
Kitunen, M., siehe Peltonen, R. J.
Klamberg, H., siehe Mahr, C.
Kleihauer, E., und Betke, K. Bestimmung von Hämoglobin als Cyanhämoglobin 314
Klenk, E., und Lauenstein, K. Isolierung von Neuraminsäure 316
Klíř, L., siehe Liška, K.
Klotz, J., siehe Pfandl, K.
Knell, M., siehe Kroll, H.
Knop, C. J., siehe Kamp, W.
Koch, W., Malissa, H., und Ditges, D. Handhabung von Mikrogrammengen bei metallkundlichen Untersuchungen 299
Körbl, J. Silberhaltige Katalysatoren für die Verbrennungselementaranalyse 202. — Siehe auch Horáček, J. sowie Houda, M.
Körbl, J., Přibil, R., und Emr, A. Xylenolorange als Indicator 378
Köster, P., und Grütz, W. Apparatur zur Messung des Salzgehaltes in Böden und Erden 398
Kohn, J. Immuno-elektrophoretische Technik 313
Kolodziejczakowna, M. Bestimmung von Spuren Zink in Nickelsulfat 150
Kolor, M. G., und Roberts, H. R. Nachweis von Hydroxyprolin 310. — Siehe auch Roberts, H. R.
Kolthoff, I. M., und Lingane, J. J. Polarographisches Verhalten von 1,1,1,2-Tetrachlor-2,2-bis-(p-chlorphenyl)-äthan 216
Konkoly Thege, I., siehe Pungor, E.
Korenman, I. M., und Baryšnikova, M. N. Mitfällung von Zink, Cadmium und Quecksilber mit Anthranilsäure 375
Koritz, J. B., und Cohen, P. P. Bestimmung von Carbaminyltaurin im Harn 239
Koršun, M. O., siehe Gelman, N. E.
Kotrlý, S., siehe Vřešťál, J.
Kovács, E., siehe Matkovics, B.
Kowkabany, G. N., siehe Isbell, H. S.
Kráčmar, J., siehe Blažek, J.
Krajčinović, M., und Jovanović, J. D. Bestimmung von Natriumcarbonat und Natriumhydrogencarbonat neben anderen Komponenten in Seifenpulvern 54
Kramer, H. Flammenphotometrische Calciumbestimmung in Phosphat-Carbonat- und Silicat-Gestein 150
Kraus, L. Papierchromatographische Bestimmung von Aloin 61
Krejcar, E. Bestimmung von metallischem Nickel neben Nickeloxyd 393
Krejzová, E., Simon, V., und Zýka, J. Bestimmung von Cer in pharmazeutischen Präparaten 58
Kreškov, A. P., und Sajuškina, E. N. Chromatographische Trennung von Nickel und Kupfer an Kationenaustauschern 442
Kroll, H., Knell, M., Powers, J., und Simonian, J. Bestimmung von Eisen mit Äthylendiamin-di-(o-hydroxyphenylessigsäure) 440
Krüger, M., siehe Schulte, K. E.
Krugers, J. Schalter für die Differentialpolarographie in der Quecksilbertropfelektrode 125
Krumholz, E., siehe Krumholz, P.
Krumholz, P., und Krumholz, E. Bestimmung von Zink 298
Kruse, J. M., und Mellon, M. G. Bestimmung von Ammoniak 298
Krzemińska, A., siehe Kemula, W.
Kudelja, A., siehe Izmajlov, N. A.
Kulčickyi, I., und Švácha, F. Trennung von Eisen und Aluminium an Anionenaustauschern 440
Kulp, J. L., siehe Turekian, K. K.
Kunz, H., siehe Schuhknecht, W.
Kupka, J., siehe Bartík, M.
Kuraš, M., und Mollin, J. Polarometrische Bestimmung von Nickel mit Oxalendiamiddioxim 441
Kuratomi, K., Ohno, K., und Akabori, S. Mikrobestimmung von Cystein in Proteinen durch Hydrazinolyse 308
Kuratsune, M., siehe Cahmann, H. J.
Kurosawa, T., siehe Aoki, F.

Lacoste, R. J., siehe Rosenthal, I.
Lakshmanan, T. K., und Lieberman, S. Reinigung von Ketosteroidextrakten an Austauschersäuren 73
Lakshminarayanan, K., und Subramanian, D. Nachweis von Fusarinsäure 44
Lamb, B., siehe Luthy, N. G.
Lamond, J. Nachweis von Nitroglycerin 38
Lang, K. Borbestimmungsmethoden und ihre Anwendung bei Düngemitteln, unter besonderer Berücksichtigung der potentiometrischen Titration 241 [Or]
Lang, W., und Stephan, H. Nachweis von Barbituraten 78
Langan, T. A., Durrum, E. L., Jencks, W. P. Chromatographische Technik zur Cholesterinbestimmung 71
Lange, W., und Mohrhauer, P. Bestimmung des Schwefelgehaltes fester Brennstoffe 397
Langejan, M. Photometrisch Bestimmung von Alkaloiden mit Methylenoxydgruppen 64
Lasiewicz, K., und Zawadzka, H. Colorimetrische Phosphatbestimmung in Rohphosphaten und Düngemitteln 152
Lassner, E., siehe Püschel, R.
Latinák, J. Identifizierung der isomeren Toluidine und Nitrotoluole 41
Lauenstein, K., siehe Klenk, E.
Laufke, R. A. F. Papierchromatographische Untersuchung der Auszüge von Convallaria majalis 231
Lavruchina, A. K., Pavlockaja, F. I., Pozdnjakov, A. A., und Grečiščeva, I. M. Chromatographische Trennung der Radioisotopen der Seltenen Erden 379
Lebbe, J., siehe Moureu, H.
Lederer, M. Trennung anorganischer Ionen durch eindimensionale Papierelektrophorese 363
Lee, J. K., Adams, R. N., und Bricker, C. E. Potentiometrische Untersuchungen an Gold-, Platin- und Palladium-Indicatorenelektroden 126
Leeper, R., siehe Cabaud, P.
Lehmann, H.-A., und Kempe, G. Papierchromatographische Untersuchung der Schwefelsäure, ihrer Salze und Derivate 436
Leibmann, W., und Woods, J. T. Bestimmung von Mononitrothiophen und Dinitrothiophen in Nitrobenzol 448
Leng, M. L. Bestimmung von Piperazin in Futtermitteln für Geflügel 235
Lennox, D. H. Röntgen-Beugungsinterferenzen organischer Verbindungen 58
Leonard, M. A., siehe Belcher, R.
Le Peintre, M., siehe unter „P"
Levine, J. Schnellbestimmung von Acetylsalicylsäure, Acetphenetidin und Coffein 60
Levy, B. B., siehe Abell, L. L.
Levy, W., und Cambell, N. J. Nachweis von heterosubstituierten aromatischen Verbindungen 42
Lewis, D. T. Polarographische Bestimmung von Borsäure 135
Lieberman, S., siehe Lakshmanan, T. K.
Lingane, J. J., siehe Kolthoff, I. M.
Lisboa, B. P. Nachweis von Pyridin und seinen Derivaten 296. — Quantitative Bestimmung von Nicotinamid, neben Nicotinsäure 64
Liška, K., und Klír, L. Anionenaustauscher zur Trennung von Eisen und Aluminium 440
Lišková, O., siehe Machovičová, F.
Llewellyn, D. R., siehe Abraham, M. H.
Lloyd, C. J., siehe Garratt, D. C.
Lob, G. Bestimmung von Benzatin 63
Logie, D. Abtrennung der Trichlorphenole und Bestimmung des 2,4,5-Trichlorphenolgehaltes in technischem Trichlorphenol und Analyse von Dichlorphenol 54
Lombaert, R., siehe Schram, E.
Lorant, I. S. Bestimmung von Cystein mit Hilfe des daraus entstehenden Schwefelwasserstoffs 309
Lott, P. F., und Cheng, K. L. Bestimmung von Eisen in Ton und Kalkstein 151
Love, D. L., siehe Kinney, C. R.
Lowen, W. K. Nachweis von Rückständen von Dithiocarbaminat-Fungiciden 400
Lowry, O. H., Rosebrough, N. J., Farr, A. L., und Randall, R. J. Bestimmung von Eiweiß 156. — Siehe auch Albers, R. W.
Ludemann, W. D., siehe Sass, S.
Lüderitz, O., siehe Fromme, I.
Lüdy-Tenger, F. Nachweis von Barbital 78
Luis, P., und Corazza, A. Mikronachweis von Strychnin 66
Lukasiewicz, D. B., siehe Rice, E. W.
Luthy, N. G., und Lamb, B. Polarographischer Nachweis der Disulfidbindung in 5-Pyrimidyl-Disulfiden 44

Lutz, D. A., Witnauer, L. P., Sasin, R., und Sasin, G. S. Röntgen-Pulverdiagramme einiger n-Alkyldithiolester der Sebacinsäure 214
Lyons, T. D., siehe Andrewa, A. C.

McAloren, J. T., und Reynolds, G. F. Bestimmung von Spuren Chrom in Nickel und Vanadium, Spuren von Vanadium in Chrom sowie von Spuren Nickel in Chrom und Vanadium 306
McBryde, W. A. E., siehe Berman, S. S.
McDonald, H. J., und McKendell, L. V. Ausführung der zweidimensionalen Papierchromatographie auf rotierenden Papierscheiben 122
McFarren, E. F., Brand, K., und Rutkowski, H. R. Bestimmung von Glutamin und Asparagin 398
McFarren, E. F., und Mills, J. A. Bestimmung kleiner Mengen Aminosäuren 308
McGrew, C. E., siehe van Etten, C. H.
Machovičová, F., Parrák, V., Lišková, O., und Ružičková, J. Bestimmung verschiedener Alkaloide 236
McIntyre, A. R., siehe Hendrickson, M. J.
McKendell, L. V., siehe McDonald, H. J.
McLafferty, F. W. Massenspektrometrische Analyse gesättigter aliphatischer Äther 206
Maclagan, N. F. Bestimmung der Mucoproteide in der klinischen Chemie 240. — Siehe auch Anderson, A. J.
McMullen, W. H., siehe Ciaccio, L. L., sowie Pazdera, H. J.
Maddock, W. O., siehe Epstein, E.
Mader, W. J., siehe Slack, S. C.
Magnitzky, A. W., siehe Collier, A.
Magrassi, B., siehe Bozzetti, E.
Mahr, C., und Klamberg, H. Mikrofiltrationsmethode 450
Mai, L. A. Bestimmung von Harnsäure im Harn 75
Majumdar, A. K., und Chakrabartty, M. M. Papierchromatographie anorganischer Ionen 123
Majumdar, A. K., und Singh, B. R. Papierelektrophoretische Trennung der Metalle der Silbergruppe 363
Malát, M., und Tenorová, M. Verwendung von Chromazurol S als Indicator in der Chelatometrie 129
Malissa, H., siehe Koch, W.
Mallett, M. W., und Griffith, C. B. Vakuumschmelzapparatur 302. — Siehe auch Hansen, W. R.
Malmstadt, H. V., und Fett, E. R. Titrator zur Bestimmung von Sauerstoff in Wasser 392
Mandel, P., Bieth, R., und Vroussos, C. Bestimmung von Cholesterin in Gegenwart überschüssiger Glyceride 461
Manna, L., Strunk, D. H., und Adams, S. L. Flammenphotometrische Bestimmung von Magnesium 374
Manoliu, C. Verwendung von Eriochromcyanin als Indicator in der Chelatometrie 128
Marécoff, N., siehe Ivanoff, D.
Marinetti, G. V., siehe Witter, R. F.
Markham, R. L. Bestimmung von Mucoproteiden 240
Marković, O., und Rexová, L. Bestimmung von Scopolamin neben viel Morphin und Äthylmorphin 236
Marrian, G. F., siehe Fotherby, K.
de Mars, R. D., und Shain, I. Analyse von sehr verdünnten Metallösungen 290
Martell, A. E., und Calvin, M. Die Chemie der Metallchelatverbindungen 120 [L]
Martin, A. J. P., und Synge, R. L. M. Chromatographische Technik 285
Matkovics, B., und Kovács, E. Photometrische Bestimmung reduzierender Stoffe 158
Matsch, E., und Gráf, F. Bestimmung von p-Hydroxypropiophenon im Harn 68
Matsuyama, A., siehe Sumiki, Y.
Maurice, M. J. Bestimmung von elementarem Schwefel und einzelnen Schwefelverbindungen in Reyon 450
Maurice, M. J., und Veen, B. Beitrag zur spektrophotometrischen Bestimmung des Methanols mittels Chromotropsäure. Beispiel der Verwendung der Varianzananalyse zur Lösung eines analytisch-chemischen Problems 13 [Or]
Mellon, M. G., siehe Curry, R. P., sowie Kruse, J. M.
Melpolder, F. W., siehe Sauer, R. W.
Meranze, D. R., siehe Gollub, S.
Merlin, E., siehe Hennart, C.
Merritt jr., L. L., siehe Willard, H. H.
Merz, L. Polarograph 364
Mester, L. Anwendung der Formazanreaktion auf dem Gebiete der Kohlenhydratchemie 446

Metz, Ch. F. Analytik des Plutoniums 380
Meyer, O. Bestimmung der Schaumkraft von Zahnpasten 237
Meyer, V., und Stadler, O. Farbreaktion von Dinitrothiophen 448
Michailova, L. A., Dunajevskaja, K. A., und Jefremova, L. N. Nachweis kleiner Glucosemengen in Maltoselösungen 53
Michelsson, P. Neuer Tintenschreiberpolarograph 364
Mika, J. Die Methoden der Mikromaßanalyse 120 [L]
Milani, C. Polarographische Bestimmung von ausgeschiedenem Kobalt 156
Miller, J. F., siehe Drushel, H. V.
Miller, J. I., siehe Sass, S.
Miller, R. R., siehe Sawicki, E.
Miller, W. E. Mikroanalytischer Nachweis mit Hilfe von Ionenaustauschern 362
Mills, J. A., siehe McFarren, E. F.
Milner, G. W. C., und Nunn, J. H. Abtrennung des Wismuts zur Bestimmung von Uran und Thorium in Wismutlegierungen 149
Mirnaja, A., siehe Izmajlov, N. A.
Missan, S. R., siehe Ciaccio, L. L., sowie Pazdera, H. J.
Misui, T., siehe Takahashi, M.
Mitchell, L. C. Identifizierung von wasserlöslichen anorganischen Phosphaten 432. — Trennung von Cumarin, Dihydrocumarin (Melilotin) und Methylcumarin 295. — Nachweis und Trennung von Ködergiften für Nagetiere 452
Mitchell, T. G., siehe Spencer, R. P.
Miyamoto, Y., siehe Tanaka, S.
Mlejnek, O. Bestimmung von freiem Maleinsäureanhydrid in Polyesterharzen 153
Modreanu, F., Fişel, S., und Carpov, A. Papierchromatographische Trennung von Barium, Strontium, Calcium, und Magnesium 134
Mohrhauer, P., siehe Lange, W., sowie Radmacher, W.
Moinat, P. G., und Tuller, E. F. Papierelektrophorese von Serumproteinen 312
Mojžíš, J. Bestimmung von Mangan als Triäthanolaminkomplex 142
Mollin, J., siehe Kuraš, M.
Molnár, L. G., siehe Szekeres, L.
Momotani, A., siehe Sogami, M.
Monnier, D., Rüedi, W. F., und Fasel, M. Spektrophotometrische Bestimmung von Alkohol in Blut 237
Monzini, A., und Botalla, G. Polarographische Sauerstoffbestimmung in Fruchtsäften 217
Moore, C. C., siehe Dunbar, R. E.
Moore, F. L., und Hudgens, J. E. Bestimmung von Plutonium(IV) 380
Moore, S., und Stein, W. H. Chromatographische Technik 128. — Siehe auch Crokaert, R., sowie Hirs, C. H. W.
Morcillo, J., und Vinós, J. A. Bestimmung des Gesamtgehaltes an Aromaten in Kohlenwasserstoffen 49
Morgan, D. J. Mikrobestimmung sekundärer aliphatischer Amine 443. — Siehe auch Clark, S. J.
Morrison, A., siehe Witter, R. F.
Morrisson, J. F., siehe Rosenberg, H.
Moshtev, R. Bestimmung von Silicium in Gußeisen als Molybdänblau 302
Mott, R. A., und Wilkinson, H. C. Bestimmung von Schwefel in Kohle und Koks 45
Moudy, L., siehe Silvermann, L.
Moureu, H., Chovin, P., Truffert, L., und Lebbe, J. Apparative Einrichtung der IR-Analyse von Kohlenoxyd 284
Mouton, M., siehe Janot, M. M.
Moye, A. J., siehe Fritz, J. S.
Mroczkowska, Z., siehe Bellen, Z.
Müller, E., siehe Schneider, F.
Mukai, M., siehe Thomas, J. F.
Mukerjee, H. G. Electro-Chromatography in the Study of Ions 87 [Or].— Electro-Chromatography in the Study of Ions. Part II. 408 [Or]
Muramoto, Y., siehe Suzuki, S.
Murphy, G. W. Elektrogravitationstrennung 126
Murphy, G. W., und Batzer, D. Elektrogravitationstrennung 126
Musil, A., und Haas, W. Bestimmung von Vanadat mit β-Benzoylphenylhydrazin 433
Musil, A., und Pietsch, R. Fällungseigenschaften der isomeren Methylphenylarsinsäuren 365
Musil, J. Übersicht über die Papierelektrophorese 287
Muto, S. Entfernung von Störionen bei der Borsäurebestimmung 377
Myerson, M., siehe Sall, Th.
Mylius, G. Bestimmung der Schaumkraft von Zahnpasten 237

Nachlas, M. M., und Seligman, A. M. Bestimmung der Esteraseaktivität 318
Naftel, J. A. Colorimetrische Bestimmung von Borsäure 378
Nagy, M., siehe Szekeres, L.
Nagy, Z., und Pólyik, E. N. Bestimmung von metallischen Spurenelementen in natürlichen Wässern 392
Naitô, H., und Sugawara, K. Spektralphotometrische Bestimmung kleiner Mengen Vanadium in natürlichem Wasser 298
Nakamura, S., und Tanaka, K. Elektrophoretische Frontalanalyse von Enzymen 316
Nakano, K., siehe Kikuchi, T.
Nakao, M. Stoffwechselprodukte der p-Aminosalicylsäure 69
Namiki, M., siehe Gotô, H.
Nebe, E. Elektrometrische Bestimmung von Wasser in Seifen und Waschmitteln 454
Neely, L., siehe Slaunwhite, W. R.
Nelson, R. A., und Pro, M. J. Spektrophotometrische Bestimmung von Zink in Whisky 218. — Siehe auch Pro, M. J.
Neu, R. Anwendbarkeit von Natriumtetraphenyloborat zu Nachweis und Bestimmung von Polyalkylenoxyden 38
Neuberger, A., Schöffmann, E., und Herkenhoff, K. Bestimmung von Calcium, Magnesium, Mangan, Kieselsäure, Aluminiumoxyd und Eisen in Hochofenschlacke 396
Neuenschwander, P., und Peltonen, R. J. Identifizierung von Weinen 218
Neuss, J. D., siehe Schulz, E. P.
Neuwald, F. Bestimmung von Digitalisglykosiden 61
Niemann, A. Bestimmung von Glutamin und Asparagin in Pflanzensäften 398
Nijkamp, H. J. Chromatographische Technik 285
Nilsen, B. R., siehe Grubitsch, H.
Noguchi, T., siehe Shinoda, K.
Noll jr., C. R., siehe Velasco, J.
Norris, F. W., siehe Darbre, A.
Novák, J. V. A. Polarographische Bestimmung in strömenden Flüssigkeiten und Gasen 125
Novikova, Je. N., und Petrova, L. N. Bestimmung von Essigsäureanhydrid 444
Nunn, J. H., siehe Milner, G. W. C.
Nury, F. S., und Smith, E. R. B. Bestimmung von α- und β-Lipoprotein-Cholesterin 71

Oelsner, G., und Forsling, W. Abtrennung von Poloniumisotopen 140
Ogawa, M., siehe Tanaka, S.
Ognianoff, I., siehe Ivanoff, D.
O'Hara, F. J., siehe Hinsvark, O. N.
Ohno, K., siehe Kuratomi, K.
Omar, E. F., siehe Issa, I. M.
Onishi, H. Bestimmung geringer Mengen Thallium mit Rhodamin B 381. — Fluorimetrische Bestimmung von Thallium 381
Oosting, M. Mikrokristallreaktion auf Ammoniak 382
Orchin, M., siehe Ish-Shalom, M.
Ottendorfer, L. J. Schnellanalyse von Weißmetallen 300
Overholster, L. G., und Yoe, J. H. Trennung von Platin und Palladium 143

Palilla, F., siehe Bastian, R.
Pan, S. C., und Dutcher, J. D. Färbetechnik von Flecken auf Papier 223
Pap, É., siehe Szekeres, L.
Pařízková, H., siehe Doskočilová, D.
Parrák, V., siehe Machovičová, F.
Pasovskaja, G. B. Bestimmung der Härte von trübem und gefärbtem Wasser 392
Paulik, F., und Erdey, L. Derivative Thermogravimetrie 366
Paulik, F., Erdey, L., und Gál, S. Derivatographische Mikrodestillationsmethode zur Untersuchung von Flüssigkeitsgemischen 321 [Or]
Pavlockaja, F. J., siehe Lavruchina, A. K.
Pavlova, S., siehe Ivanoff, D.
Pazdera, H. J., McMullen, W. H., Ciaccio, L. L., Missan, S. R., und Grenfell, T. C. Reinheitskontrolle von Arzneistoffen nach verschiedenen Methoden 57
Pease, H. L. Bestimmung von Rückständen der verschiedenen Dithiocarbaminat-Fungicide 400
Le Peintre, M., und Richard, J. Bestimmung von Sulfat im Wasser 144
Peltonen, R. J., Kitunen, M., und Suomalainen, H. Papierchromatographische Identifizierung der Weine mit Hilfe der Aminosäuren 217. — Siehe auch Neuenschwander, P.
Pence, J. W., siehe Sacks, L. E.

Pepkowitz, L. P., und Shirley, F. L. Bestimmung von Schwefel 451
Perrin, C. H. Bestimmung des Stickstoffgehaltes in Smalley-Ölsamenmehl 450
Perrin, C. H., und Ferguson, P. A. Wasserbestimmung in Fleischprodukten und anderen Lebensmitteln 221
Péter, F. Modifizierte van Slyke-Methode zur Bestimmung von Aminogruppen 207
Petránek, J., und Večeřa, M. Bestimmung aromatischer Aldehyde 294
Petrova, L. N., siehe Novikova, Je. N.
Pezold, F. A. Anwendung der Serum-Papierelektrophorese in der ärztlichen Diagnostik 364
Pfandl, K., und Klotz, J. Bestimmung der Gesamtalkaloide in Tinctura Chinae 237
Pfeiffer, F., siehe Runge, F.
Phillips, G. B. Isolierung von Lysolecithin in menschlichem Serum 458
Picheň, M., siehe Węclewska, M.
Pickels, E. G., siehe Williams jr., F. G.
Pietsch, R. Metallfällungen mit Naphthylarsinsäuren sowie mit 2,3- und 3,4-Dimethylphenylarsinsäuren 130. —Siehe auch Musil, A.
Pirtea, D., und Baiulescu, Gh. Gravimetrische Bestimmung des Kupfers 373
Pitet, G., siehe Brustier, V.
Pittera, A., und Cassia, B. Abtrennung des Bilirubinfarbstoffs des Serums und Harns 315
Pleticha, R. Chromatopolarographische Bestimmung von Thiamin 224
Pliška, V., siehe Vepřek-Šiška, J.
Plöckl, M., siehe Grassmann, W.
Podall, H. E. Infrarotabsorption von Alkylpyridinen 43
Pohl, H. Untersuchung der chemischen und thermischen Beständigkeit von Schalen und Bechern aus Hostaflon 153
Pohle, W. D., und Tierney, S. E. Bewertung der Farben pflanzlicher Öle 449
Polčin, J. Bestimmung des Gesamtschwefels in Sulfiden, Sulfiten, und Thiosulfaten 434
Pólos, L., siehe Erdey, L.
Pólyik, E. N., siehe Nagy, Z.
Pomeranz, Y. Nachweis von Kaffeesatz in geröstetem Kaffee 221
Pons jr., W. A., und Hoffpauir, C. L. Bestimmung von Gossypol in Mischfuttermitteln mit Baumwollsaatmehl 453
Popa, L., siehe Poper, E.
Poper, E., Popa, L., Junie, V., und Roman, L. Bestimmung von Cadmium durch Fällung mit N′-Thioformylanilinhydrazin(I) 135
Popoff, A., siehe Rankoff, G.
Popov, A. N., siehe Drozdov, N. P.
Popova, O. I., siehe Babko, A. K.
Porter II, J. T. Quantitative Auswertung von Polarogrammen 124
Poussardin, R., siehe Castro, R.
Powers, J., siehe Kroll, H.
Pozdnjakov, A. A., siehe Lavruchina, A. K.
Přibil, R., siehe Houda, M., sowie Körbl, J.
Prina, C. Papierchromatographische Trennung von Adrenalin und Noradrenalin aus Nebennieren 158
Pro, M. J., und Nelson, R. A. Spektrophotometrische Bestimmung kleiner Mengen von Demerol 234. — Siehe auch Nelson, R. A.
Proszt, J., und Györbíró, K. Bestimmung von Calcium und Alkalimetallen in verschiedenen Wässern 144
Pučar, Z. Abhängigkeit der Beweglichkeit von der Konzentration des Metallions 288. — Elektrophoretische Trennung der Halogenkomplexe verschiedener Metalle 287
Püschel, R., Lassner, E., und Scharf, R. Verwendung metallspezifischer Indicatoren bei Fällungstitrationen. I. Endpunktsbestimmung bei der Titration von Molybdat mit Bleilösung 104 [Or]. — Über die Verwendung metallspezifischer Indicatoren bei Fällungstitrationen. II. Endpunktsbestimmung bei der Titration von Wolframat mit Bleilösung 344 [Or]
Pungor, E., und Konkoly Thege, I. Flammenphotometrische Bandenemission von Kupfersalzen 283. — Flammenphotometrische Bestimmung der Borsäure 377

Qazilbasch, N. A. Bestimmung von Santonin 60

Radmacher, W., und Mohrhauer, P. Bestimmung von Schwefel in Brennstoffen 397
Radmacher, W., und Schmitz, W. Schnellanalyse von Brennstoffaschen 46
Rall, H. T., siehe Thompson, C. J.

Ramírez-Muñoz, J., siehe Burriel-Martí, F.
Ramsay, W. N. M., und Campell, E. A. Bestimmung von Eisen 156
Ramsey, H. A. Photometrische Bestimmung der Esteraseaktivität 317
Randall, R. J., siehe Lowry, O. H.
Rankoff, G., Popoff, A., und Jovtscheff, A. Bestimmung und Abtrennung des Methanols aus Obstbranntwein 218, 219. — Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen Methanol in Äthanol und Obstbranntwein 219
Rao, D. V. Ramana. Bestimmung von Molybdän 437. — Siehe auch Wendlandt, W. W.
Rao, G. Gopala., und Sastri, T. P. Phthalocyanines as Oxidation-Reduction Indicators. Part IV. Use of Copper Phthalocyanine Tetrasulphonic Acid (Cu-PTS). Titration of Iron(II), Ferrocyanide and Uranium (IV) with Permanganate 266 [Or]. — Siehe auch Sastri, T. P.
Rase, H. F., siehe Stone, R. L.
Raspi, G., siehe Cozzi, D.
Ray, S., siehe Collier, A.
Raymond, W. D. Reagens zum Entwickeln der Cardenolide 232
Rechenberger, J. Bestimmung von Nucleinsäuren in Bluteiweißkörpern 160
Reimers, H., siehe Gagliardi, E.
Rein, J. E., siehe Shank, R. C.
Reinefeld, E., siehe Schneider, F.
Reissland, G., siehe Adebahr, G.
Reppestam, V., siehe Zechner, S.
Resnik, F. E., Harrow, L. S., Holmes, J. C., Bill, M. E., und Greene, F. L. Nachweis von Kohlenhydraten und anderen organischen Verbindungen 214
Reuther, F. W., siehe Thies, H.
Rexach-M. de Lizarduy, M. L., siehe Burriel-Martí, F.
Rexová, L., siehe Marković, O.
Reynolds, G. F., siehe McAloren, J. T.
Rice, E. W., und Lukasiewicz, D. B. Bestimmung von Cholesterin mit Eisen(III)-chlorid und Schwefelsäure 71
Richard, J., siehe Le Peintre, M.
Richard, M. J., siehe Fritz, J. S.
Richards, H. K., siehe Sall, Th.
Rietz, C., du, Analyse von Xanthogenaten 39
Říha, J., und Šerák, L. Bestimmung von Mangan als Triäthanolaminkomplex 142
Rinno, H., siehe Weygand, F.
Ritchie, C. D., siehe Freeman, K. A.
Roberts, H. R., und Kolor, M. G. Bestimmung kleiner Mengen Aminosäuren 308. — Siehe auch Kolor, M. G.
Roberts, M. W., siehe Fennell, T. R. F. W.
Rocchiccioli, C. Verteilung von Metallionen verschiedener Wertigkeit an Austauschersäulen 362
Rodden, J. Manganometrische Titration von Uranperoxyd 438
Rodig, I., siehe Betke, K.
Roe, J. H., siehe Smith, B. W.
Rogers, L. B., siehe Hercules, D. M.
Roman, L., siehe Poper, E.
Rooney, R. C. Bestimmung von Antimon und Gußeisen 304
Rosebrough, N. J., siehe Lowry, O. H.
Rosen, P., siehe Soloway, S.
Rosenberg, H., Ennor, A. H., und Morrison, J. F. Bestimmung von Guanidintaurin im Harn 239
Rosenblum, Ch. Grundlagen der Isotopenverdünnungsmethoden 127
Rosendahl, F. Anwendung des Zugabeverfahrens in der Spektralanalyse 283
Rosenthal, I., Frisone, G. J., und Lacoste, R. J. Polarographisches Verhalten des 1,1,1,2-Tetrachlor-2,2-bis(p-chlorphenyl)-äthans 216
Ross, R. E., siehe Brealey, L.
Roth, H., und Beck, W. Bestimmung der Dithiocarbaminat- und Thiuramdisulfidgruppe 209
Roth, H., und Schuster, P. Bestimmung von Carbonsäureamiden 212. — Bestimmung der Peroxydgruppe 292
Rudin, D. O., siehe Eisenman, G.
Rüedi, W. F., siehe Monnier, D.
Ruf, E. Darstellung von Silberdichromat und seine Verwendung zur Herstellung eines Katalysators für die C-H-Verbrennungsanalyse 21 [Or]
Runge, F., Engelbrecht, H.-J. und Franke, H. Disulfimide als Reagentien für die Isolierung organischer Stickstoffverbindungen 293
Runge, F., und Pfeiffer, F. Analyse von sekundären Basen aus der Braunkohlenhydrierung 293
Ruppert, F. Standardverfahren zur Hämoglobinbestimmung 314

Rutkowski, H. R., siehe McFarren, E. F.
Ružičková, J., siehe Machovičová, F.
Ryce, S. A., und Bryce, W. A. Verwendung einer Ionisationsröhre als Empfänger in der Gaschromatographie 121
Ryhage, R., siehe Hallgren, B.

Sacks, L. E., und Pence, J. W. Elektrophoretische Untersuchung an Subtilin 223
Sadek, F. S., und Reilley, C. N. Chelatometrische Titrationen im Ultramikromaßstab 289
Šafařík, L. Halbmikrobestimmung von Amidopyrin in zusammengesetzten analgetischen Präparaten 234. — Siehe auch Blažek, J.
Saifer, A., Valenstein, F., und Hughes, J. Bestimmung von Zucker in Blut 460
Sajuškina, E. N., siehe Kreškov, A. P.
Sall, Th., Richards, H. K., Harrison, E., und Myerson, M. Bestimmung der Glutaminsäure-Oxalessigsäuretransaminase im Serum 318
Sallmann, R., siehe Anderegg, G.
Saltzman, B. E. Bestimmung von Cadmium mit Dithizon 144
Samachson, J., Slovik, N., und Sobel, A. E. Colorimetrische Mikrobestimmung von Fluor in organischen Substanzen wie Knochen, Zähnen und Blut 456
Sanborn, E. N., siehe Thomas, J. F.
Sander, H., siehe Schulz, G.
Sansoni, B. Mikroanalytische Nachweise mit Hilfe von Ionenaustauschern 362
Sarudi (v. Stetina) I., Notizen zur Analyse des Chromeisensteins 34 [Or]
Sasin, G. S., siehe Lutz, D. A.
Sasin, R., siehe Lutz, D. A.
Sass, S., Ludemann, W. D., Witten, B., Fischer, V., Sisti, A. J., und Miller, J. I. Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen organischer Phosphorhalogenide, Säureanhydride und acylierender Agentien 447
Sastri, T. P., and Rao, G. Gopala. Phthalocyanines as Oxidation-Reduction Indicators. Part II. Use of Copper Phthalocyanine Tetrasulphonic Acid (Cu-PTS). Cerimetric Determination of Uranium (IV), Molybdenum (V) and Arsenic (III). 1 [Or]. — Phthalocyanines as Oxidation-Reduction Indicators. Part III. Use of Copper Phthalocyanine Tetrasulphonic Acid. Titration of Hydroquinone and Metol with Ceric Sulphate Solution 263 [Or]. — Siehe auch Rao, G. Gopala
Šatenštejn, A. I., und Zvaginceva, E. N. Schwimmermethode zur Bestimmung der Dichteänderungen des Wassers für Isotopenanalysen 297
Sato, H. Polarographisches Verhalten von Curcumin 295
Sauer, R. W., Washall, T. A., und Melpolder, F. W. Trennung von Paraffin-Cycloparaffin 48
Savelsberg, W., siehe Betke, K.
Savoini, F., siehe Valori, P.
Sawicki, E., und Miller, R. R. Nachweis von vielkernigen Kohlenwasserstoffen in Luft und Industrieabgasen 391
Sawyer, D. T., und Farrington, P. S. Bestimmung von Blei durch Hochfrequenztitration 137
Ščeglova, Je. P., siehe Tananajev, I. V.
Scharf, R., siehe Püschel, R.
Schecker, H.-J., siehe Häussermann, H.
Schenk, G., Frömming, K.-H., und Frohnecke, L. Papierchromatographische Untersuchung galenischer Zubereitungen aus Rhizoma Tormentillae 229
Schlechter, D. C., siehe Gollub, S.
Schmid, K., siehe Bencze, W. L.
Schmidt, F. Nachweis von p-Hydroxyphenylalkylaminen mit 1,2-Nitrosonaphthol 41
Schmitz, W., siehe Radmacher, W.
Schneer, A., und Hartmann, H. Maßanalytische Bestimmung von Zirkonium 382
Schneider, F., Reinefeld, E., und Müller, E. Papierelektrophoretische Technik 398
Schneiter, W., siehe Eder, R.
Schöffmann, E., siehe Neuberger, A.
Schram, E., und Crokaert, R. Identifizierung von Guanidino- und Carbaminyltaurin im Harn 239
Schram, E., und Lombaert, R. Messung der Radioaktivität von Kohlenstoff-14 und Schwefel-35 in wäßrigem Medium 127
Schryver, B. Bestimmung von Methanol 218
Schuhknecht, W., und Kunz, H. Bestimmung des Gesamtschwefels in Kohle und Koks 45
Schulte, K. E., und Krüger, M. Colorimetrische Bestimmung von Cap-

saicin in Salben und ähnlichen Arzneizubereitungen 229
Schulz, E. P., und Neuss, J. D. Bestimmung von Cortison, Hydrocortison und verwandten Steroiden 72
Schulz, G., und Sander, H. Analyse von Cholesterin-Tomatid und präparative Gewinnung von Steroiden 72
Schumacher, H., siehe Büchi, J.
Schuster, P., siehe Roth, H.
Schwarzenbach, G., siehe Anderegg, G.
Segatto, P. R., siehe Zenchelsky, S. T.
Seligman, A. M., siehe Nachlas, M. M.
Semenza, G. Chromatographie von Desoxyribonucleinsäure an Calciumphosphatgel 76
Sen, B., siehe West, Ph. W.
Senise, P. Tüpfelnachweis von Sulfit 139
Sensi, P., Gallo, G. G., und Chiesa, L. Bestimmung der Antibiotica Novobiocin und Dehydronovobiocin 62
Šerák, L., siehe Říha, J.
Sergejeva, Z. I., siehe Joffe, B. V.
Servigne, Y., und Duval, Cl. Papierchromatographische Trennung von Anionen 286
Şeşbeç, T. A. Bestimmung von Erucasäure in Rüböl 52
Ševeleva, N. S., siehe Gelman, N. E.
Shabtai, J., siehe Gil-Av, E.
Shain, I., siehe De Mars, R. D.
Shalgosky, H. I. Polarographische Bestimmung von Borsäure 135
Shank, R. C., Rein, J. E., Huff, G. A., und Dykes, F. W. Analytisches Arbeiten mit radioaktiven Substanzen 288
Shehab, S. K., siehe Barakat, M. Z.
Shinoda, K., Noguchi, T., und Yamada, S. Photometrische Bestimmung größerer Mengen Kobalt in Kobaltnaphthenaten 56
Shipman, W. H., siehe Weiss, H. V.
Shirley, F. L., siehe Pepkowitz, L. P.
Siggia, S., Starke jr., A. C., Garis jr., J. J., und Stahl, C. R. Bestimmung von Oxyalkylengruppen in Glykolen und in Glykol- und Polyglykoläthern und -estern 445
Siliprandi, N., siehe Cerletti, P.
Silverman, L., Houk, W. W., und Moudy, L. Bestimmung von Urandioxyd in Edelstahl 306
Silverman, L., und Trego, K. Colorimetrische Bestimmung von Borsäure 378
Simmons, N. S., siehe Kay, E. R. M.
Simões, R. Nachweis und Bestimmung von Dibenzyläthylendiamin in Penicillin-Benzatin 62
Simon, V., siehe Krejzová, E.
Simonian, J., siehe Kroll, H.
Singh, B. Maßanalytische Bestimmung von organischen Hydrazinderivaten 210
Singh, B., und Kashyap, G. P. Iodine Monochloride as Volumetric Reagent. II. Determination by Sodium Acetate Method 338 [Or]
Singh, B. R., siehe Majumdar, A. K.
Singleton, W. S., siehe Formusa, K. M.
Šingliar, M., und Kapišinská, V. Quecksilberbestimmung in Katalysatoren zur Erzeugung von Vinylchlorid 152
Sisti, A. J., siehe Sass, S.
Slack, S. C., und Mader, W. J. Colorimetrische Bestimmung von Imidazolinen in Nasentropfen und Tabletten 233
Slaunwhite, W. R., und Neely, L. Reinigung von 17-Ketosteroideextrakten für die Infrarotanalyse 73
Šlouf, A., siehe Hrdý, O.
Slovik, N., siehe Samachson, J.
Sluyterman, L. A. Æ. Amperometrische Titration von Sulfhydrylgruppen mit Silbernitrat 209
Šmirous, F., siehe Vepřek-Šiška, J.
Smith, B. W., und Roe, J. H. Bestimmung der Amylase in Körperflüssigkeiten 463
Smith, E. R. B., siehe Nury, F. S.
Smith, G. F. Nasse Veraschung von organischem Material mit Perchlorsäure 201
Smith, W. H. Testsubstanz für mikrochemische Elementaranalysen organischer Verbindungen 383
Šnobl, D., siehe Večeřa, M.
Sobel, A., siehe Samachson, J.
Sogami, M. Turbidimetrische Titration von Serumproteinen 157
Sogami, M., Momotani, Y., und Inoue, Y. Titration von Serumprotein 157
Soloway, S., und Rosen, P. Gruppeneinteilung organischer Verbindungen 205
Solymosi, F. Schnellbestimmung von Selenit 437.— Siehe auch Csányi, L. J.
Solymosi, F., und Varga, A. Bestimmung von Schwefelverbindungen nebeneinander in Hexacyanoferrat(III) unter Verwendung von Osmiumtetroxyd als Katalysator 435

Sommer, L. Reagentien zur Bestimmung von Bor 135. — Nachweis des Titans mit Chromotropsäure 412 [Or]
Soos, E., siehe Fuchs, L.
Southworth, B. C., siehe Fleischer, K. D.
Spandrio, L., siehe Ceriotti, G.
Specker, H., Hartkamp, H., und Jackwerth, E. Photometrische und konduktometrische Tritration von Lithium in Cyclohexanon oder Aceton 111 [Or]
Spencer, R. P., Mitchell, T. G., und King, E. R. Natriumbestimmung im Blutserum 455
Spěvák, A., siehe Večeřa, M.
Srinivasan, S. R., und Basak, N. G. Einfluß von Alkali bei der Jodoformreaktion 210
Stahl, C. R., siehe Siggia, S.
Stalcup, H., Fauth, M. I., Watts, J. O., und Williams, R. W. Bestimmung von Dioctylphthalat in Sprengstoffen 51
Stalcup, H., McCollum, F., und Whitman, C. L. Bestimmung von Phthalatestern in Sprengstoffen 51
Stanek, J. Polarograph 364
Stanley, E. L., siehe Clarke, D. G.
Starke jr., A. C., siehe Siggia, S.
Stein, W. H., siehe Hirs, C. H. W., sowie Moore, S.
Stejskal, Z., siehe Blažek, J.
Stenhagen, E., siehe Hallgren, B.
Stephan, H., siehe Lang, W.
Stokes, R. H., und Woolf, L. A. Bestimmung kleiner Mengen von Jodid 439
Stone, R. L., und Rase, H. F. Bestimmung der Aktivität von Aluminiumsilicat-Katalysatoren 393
Storck, J., siehe Delga, J.
Strange, J. P. Potentiometrisches Anzeigegerät zur kontinuierlichen Schwefelwasserstoff- und Cyanwasserstoffbestimmung in Gasen 391
Strunk, D. H., siehe Manna, L.
Subramanian, D., siehe Lakshminarayanan, K.
Sugano, T., siehe Suzuki, S.
Sugár, E., und Szekeres, L. Bemerkungen zu bromatometrischen Messungen. IV. Volumetrische Bestimmung der Hexacyanoferrat(II)-Ionen mit Kaliumbromat-Maßlösung 250 [Or]. — Bemerkungen zu bromatometrischen Messungen. V. Über die Bestimmung der Rhodanidionen 401 [Or]. — Siehe auch Szekeres, L.
Sugawara, K., siehe Naitô, H.
Sumiki, Y., und Matsuyama, A. Bestimmung von Parathion in Wasser 299
Suomalainen, H., siehe Peltonen, R. J.
Suter, H., siehe Hadorn, H.
Suzuki, S., Harimaya, K., Tsuji, N., und Yamaoka, N. Volumetrische Bestimmung von Sulfat 436
Suzuki, S., Harimaya, K., Ueno, M., Tsuji, N., und Yamaoka, N. Oxydimetrische und reduktometrische Titrationen in neutralen Lösungen 366
Suzuki, S., Muramoto, Y., Ueno, M., und Sugano, T. Bestimmung von aromatischen Mono-, Di- und Trinitroverbindungen 216
Švácha, F., siehe Kulčickyj, I.
Svehla, G., siehe Erdey, L.
Svennerholm, L. Bestimmung von Sialinsäuren 463
Swann, M. H. Nachweis und Bestimmung von o-Phthalsäure und Bernsteinsäure in Lacken 50. — Siehe auch Esposito, G. G.
Świętosławska, H., und Waleḍziak, H. Genauigkeit photometrischer Analysen in binären Gemischen von Anthracen und Carbazol 40
Sybilska, D., siehe Kemula, W.
Sykut, K. Coulometrische Bestimmung von Phenolen und Kresolen 216. — Bestimmung von Indol, Indol-3-essigsäure und Indol-3α-buttersäure 452
Synek, L., siehe Večeřa, M.
Synge, R. L. M., siehe Martin, A. J. P.
Szekeres, L. Bestimmung von Jodid neben Bromid 439. — Siehe auch Bakács-Polgár, E., sowie Sugár, E.
Szekeres, L., Molnár, L. G., und Nagy, M. Hydrazinometrische Messungen 369
Szekeres, L., Sugár, E., und Pap, É. Bemerkungen zu bromatometrischen Messungen. III. Über die bromatometrische Bestimmung der Ascorbinsäure 32 [Or]
Szekeres, L., und Zergényi-Balásfalvy, M. Über die arsenometrische Bestimmung der Hexacyanoferrat(II)-ionen 359 [Or]

Takahashi, M., Kawane, M., und Misui, T. Bestimmung von Sauerstoff in Titan durch Bromierung 149
Tanaka, K., siehe Nakamura, S.

Tanaka, M. Abscheidungspotentiale von Metallionen bei der Elektrolyse in Kaliumcyanidlösungen 126
Tanaka, S., Ogawa, M., Miyamoto, Y., und Yoshimi, N. Bestimmung von Mono- und Dimethylolharnstoff in initialen Harnstoffkondensationsprodukten 53
Tananaev, I. V., und Ščeglova, Je. P. Bestimmung von Beryllium neben größeren Mengen Aluminium 374
Tattje, D. H. E. Colorimetrische Bestimmung von Citral in Citronenöl und Lemongrasöl 58. — Unterscheidung der Glykosidgehalte von Digitalisblättern 61, 62
Tatwawadi, S. V., siehe Bapat, M. G.
Tebbens, B. D., siehe Thomas, J. F.
Tenorová, M., siehe Malát, M.
Tentori, L., siehe Cavina, G.
Terry, N. A., siehe Kassner, E. W.
Tewari, J. D., siehe Joshi, B. C.
Thain, M. E., siehe Abraham, M. H.
Theivagt, J. G., siehe Helgren, P. F.
Thies, H., und Reuther, F. W. Reinheitsprüfung von Opiumalkaloiden 65
Thirunamachandran, T., siehe Fernando, Q.
Thomas, J. F., Tebbens, B. D., Mukai, M., und Sanborn, E. N. Bestimmung von aromatischen Kohlenwasserstoffen in der Luft 390
Thomas, M. Apparatur zur thermischen Analyse 131
Thompson, C., siehe Dian, J.
Thompson, C. J., Coleman, H. J., Ward, C. C., und Rall, H. T. Thermodiffusion zur Trennung organischer Schwefelverbindungen 49
Thompson, J. K. Größenverteilung von Aerosolteilen 297
Tierney, S. E., siehe Pohle, W. D.
Tiselius, A. Überblick über die Elektrophorese 364. — Siehe auch Cremer, H. D.
Tomášek, K. Papierchromatographie der Phosphorsäureester von Zuckern 215
Tomic, E., und Khalifa, H. Photometrische Bestimmung geringer Thoriummengen 379
Tomioka, S., siehe Kawabata, H.
Tonhazy, N. E., White, N. G., und Umbreit, W. W. Bestimmung der Glutaminsäure-Asparaginsäuretransaminase 76
Traiter, M. Trennung und Bestimmung verschiedener Säuren 213
Trego, K., siehe Silvermann, L.
Trobisch, K. Prinzip sowie Vor- und Nachteile der coulometrischen Titration 127
Troupe, R. A., und Golner, J. J. Analyse der Reaktionsgemische chlorierter Benzole 446
Truffert, L., siehe Moureu, H.
Tsuji, N., siehe Suzuki, S.
Tucholka-Szmeja, B. Spektrographische Bestimmung von Strontium in Mineralien 393
Tuckerman, M. M., siehe Fleischer, K. D.
Tuller, E. F., siehe Moinat, P. G.
Tulus, M. R., und Ulubelen, A. Bestimmung von Santonin 60
Turekian, K. K., Gast, P. W., und Kulp, J. L. Bestimmung von Strontium in Silicatmaterialien 393
Turner, B. M. Analyse von Staubteilchen 297

Udenfriend, S., und Cooper, J. R. Bestimmung von Aminosäuren 309
Udenfriend, S., Duggan, D. E., Vasta B. M., und Brodie, B. B. Spektrophotofluorimetrische Bestimmung von therapeutisch verwendeten Substanzen im UV-Licht 226
Ueno, M., siehe Suzuki, S.
Ulin, A. W., und Gollub, S. Bestimmung von Prothrombin in Blut 314
Ulubelen, A., siehe Tulus, M. R.
Umbreit, W. W., siehe Tonhazy, N. E.
Umeno, K., siehe Kawabata, H.
Underwood, A. L. Spektrophotometrische Bestimmung von Eisen 440
Urbanová, L., siehe Hrdý, O.
Uriel, J., und Grabar, P. Imunoelektrophoretische Technik 313

Vaillant, M. Titration von Säuren, die keine Protolyte sind 290
Vajl, Je. I., siehe Izmajlov, N. A.
Valenstein, F., siehe Saifer, A.
Valori, P., und Savoini, F. Flammenphotometrische Analyse von natürlichem Wasser 392
van Duin, H., siehe unter „D"
van Eijk, J. L., siehe unter „E"
van Etten, C. H., siehe unter „E"
van Handel, E., siehe unter „H"
van Voorst, F. Th., siehe unter „Vo"
Varga, A., siehe Solymosi, F.
Vasta, B. M., siehe Udenfriend, S.
Večeřa, M., und Šnobl, D. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 387

Večeřa, M., Šnobl, D., und Synek, L. Mikrobestimmung von Wasserstoff und Kohlenstoff in organischen Substanzen 384
Večeřa, M., und Spěvák, A. Bestimmung kleiner Chlor- und Brommengen in organischen Substanzen 205. — Siehe auch Petránek, J.
Veen, B., siehe Maurice, M. J.
Vela, L. G., siehe Jensen, F. W.
Velasco, J., und Noll jr., C. R. Bestimmung von Milchsäure in Magermilchpulver 220
Venier, I. M., siehe Karavaev, N. M.
Vepřek-Šiška, J., Šmirous, F., und Pliška, V. Bestimmung des Anions der Nitrohydroxylaminsäure 383
Vevera, E. Bestimmung von Cantharidin 230
Vidic, E. Nachweis renaler Ausscheidungsprodukte toxikologisch wichtiger Arzneistoffe 79. — Unterscheidung von Morphinderivaten bei forensisch-toxikologischen Untersuchungen 80
Vinós, J. A., siehe Morcillo, J.
Visapää, A., siehe Ant-Wuorinen, O.
Voinovitch, I. A., und Debras, J. Untersuchung von Bestimmungsmethoden für Aluminium in Aluminiumsilicaten 394
Volke, J. Polarographische Bestimmung der Aldehyde der Pyridincarbonsäuren 446
Vonesch, E. E., und Guagnini, O. A. Bestimmung von Ameisensäureestern in Essenzen und Aromen 447
von Euler, U. S., siehe unter „E"
Voorhies, J. D., siehe Adams, R. N.
Voorhuis, M. H., siehe Alkemade, C. T. J.
van Voorst, F. Th. Erkennung von gehärteten Fetten in Schokoladeartikeln 221
Voss, K., siehe Gerngross, O.
Vřešťál, J., und Havíř, J., Brandštetr, J., und Kotrlý, S. Einstellung von ÄDTA-Maßlösungen 128. — Bestimmung von Fluor 140
Vroussos, C., siehe Mandel, P.

Wadsworth, E., Duke, F. R., und Goetz, C. A. Abhängigkeit des Redoxpotentials für Cer von der Art des Anions 379
Wagner, A., siehe Ebert, F.
Wałędziak, H., siehe Świętosławska, H.
Wampler, G., siehe Isbell, H. S.
Ward, C. C., siehe Thompson, C. J.
Wardle, R., siehe Fletcher, N. W.
Washall, T. A., siehe Sauer, R. W.
Watanabe, S., siehe Yamagata, N.
Watson, G. M., siehe Jensen, F. W.
Watts, J. O., siehe Stalcup, H.
Webb, J. R., siehe Fennell, T. R. F.W.
Weber, F. C., und Wilson, J. B. Bestimmung flüchtiger Amine 208
Weberling, R., siehe Bastian, R.
Węclewska, M., und Picheň, M. Bestimmung von Zink und Blei in Aluminium 146
Wehle, H. Bestimmung der Schaumkraft von Zahnpasten 237
Weiss, H. V., und Shipman, W. H. Trennung des Strontiums von Calcium 375
Wendlandt, W. W., und Rao, D. V. Ramana. Bestimmung von Molybdän(VI) mit 5,7-Dibrom-8-hydroxychinolin 437
Wert, C., siehe Ang, C.-Y.
West, Ph. W., und Coll, H. Photometrische Bestimmung von Chlorid in Wasser 145
West, Ph. W., und Sen, B. Bestimmung von Alkaloiden mit Methylenoxydgruppen 64
Westbunk, B. Bestimmung von Basen in flüssigen und festen Teerdestillaten 46
Westland, A. D., und Beamish, F. E. Trennung der Platinmetalle 142
Westlund, L. E., siehe Boman, H. G.
Westphal, O., siehe Fromme, I.
Weygand, F., und Rinno, H. Isolierung von Neuraminsäure als Methoxyneuraminsäure 316
White, D., und Vaughan, G. A. Bestimmung von Indol in Teerfraktionen 46
White, E. G., siehe Zak, B.
White, J. L., siehe Formusa, K. M.
White, N. G., siehe Tonhazy, N. E.
Whitman, C. L. Titrimetrische Bestimmung von Amidosulfonsäure 139
Wichers, E., siehe Gilchrist, R.
Wild, A. M. Polarographische Bestimmung von Tetracen 215
Wilkinson, H. C., siehe Mott, R. A.
Willard, H. H., Merritt jr., L. L., und Dean, J. A. Hochfrequenztitrimeter 137
William jr., F. G., Pickels, E. G., und Durrum, E. L. Chromatographische Technik zur Cholesterinbestimmung 71
Williams, C. A., siehe Grabar, P.

Williams, M., siehe Clarke, E. G. C.
Williams, R. W., siehe Stalcup, H.
Wilson, H. N. Bestimmung von Phosphat 203
Wilson, J. B., siehe Weber, F. C.
Witnauer, L. P., siehe Lutz, D. A.
Witten, B., siehe Sass, S.
Witter, R. F., Marinetti, G. V., Morrison, A., und Heicklin, L. Papierchromatographische Trennung von Phospholipoiden mit verschiedenen Lösungsmittelgemischen 457
Wnekowska, L. Bestimmung von Bor in Kohle und Kokereiprodukten 45
Wolfe, R. A., siehe Duffendack, O. S.
Wood, D. F., und Clark, R. T. Bestimmung von Zinn in Zirkonium und Zirkoniumlegierungen 301. — Siehe auch Elwell, W. T.
Woods, J. T., siehe Leibmann, W.
Woolf, L. A., siehe Stokes, R. H.
Wróblewski, F., und Cabaud, P. Bestimmung von Glutaminsäure-Pyruvattransaminase 76. — Siehe auch Cabaud, P.

Xavier, J. 2-Mercaptoquinoline (Thiocarbostyril) as an Analytical Reagent for Copper and Palladium 182 [Or]

Yajima, S., siehe Aoki, F.
Yallop, H. J., siehe Finnie, T. M.
Yamada, A., siehe Kikuchi, T.
Yamada, S., siehe Shinoda, K.
Yamagata, N., und Watanabe, S. Darstellung von trägerfreiem Caesium-137 132
Yamagata, N., Yamagata, T., und Watanabe, S. Mitfällung von Caesium an Thallium(I)-salzen 132
Yamagata, T., siehe Yamagata, N.
Yamaoka, N., siehe Suzuki, S.
Yoe, J. H., siehe Kirkland, J. J., sowie Overholster, L. G.
Yoshida, S., und Hasegawa, M. Spektrophotometrische Bestimmung von Shikimisäure 399
Yoshimi, N., siehe Tanaka, S.

Zagórski, Z. Meßgefäß aus Polymethylmethacrylat für mikropolarographische Untersuchungen 125. — Polarographische Bestimmung kleiner Mengen oxydierten Bleis in Bleimetall 147
Zagórski, Z., und Kempiński, O. Polarographische Bestimmung von Spuren Thallium in Blei, Cadmium und Cadmiumschwamm sowie deren Oxyden 146
Zak, B., Dickenman, R. C., White, E. G., Burnett, H., und Cherney, P. J. Bestimmung von Cholesterin 71. — Siehe auch Zlatkis, A.
Zalay, E., siehe Erdey, L.
Zaremba, J. Polarographische Bestimmung von Kupfer in technischem Natriumhydroxyd 150
Ždanov, A. K., Chadejev, V. A., und Chalilova, V. Ch. Bestimmung von Wismut mit Kaliumjodid in Gegenwart von Pyramidon 433
Zechner, S., und Reppestam, V. Bestimmung von Phosphor in kondensierten Natriumphosphaten 423 [Or]
Zenchelsky, S. T., und Segatto, P. R. Thermometrische Titrationen 289
Zergényi-Balásfalvy, M., siehe Szekeres, L.
Ziegler, C. A., Chleck, D. J., und Brinkerhoff, J. Bestimmung des Tritiumgehaltes in Wasser von geringer spezifischer Aktivität 298
Ziegler, M. Die photometrische Bestimmung von Kupfer als Kupfer(II)-aminoacetat 197 [Or]. — Nachweis von Cadmium als Hexamethonium-Cadmiumjodid 27 [Or]
Zigalkina, T. S., siehe Čerkesov, A. I.
Zijlstra, W. G. Hämoglobinbestimmung 314
Zilversmit, D. B., siehe van Handel, E.
Zlatkis, A., Zak, B., und Boyle, A. J. Bestimmung von Cholesterin 71
Zubakowa, S., siehe Bach, A.
Zýka, J., siehe Hrdý, O., sowie Krejzová, E.
Zymaris, M. C., siehe Cheronis, N. C.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abequose, Bestimmung in Hydrolysaten von Lipopolysacchariden 67
Abwasser, Bestimmung verschiedener Metalle 144
Acedicon, Bestimmung 80
Acetaldehyd, Einfluß von Alkali auf die Jodoformreaktion von Acetaldehyd 210; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190
Acetamid, Bestimmung 212
Acetaminonitrotoluole, Bestimmung 216
Acetanilid, Bestimmung 294
Acetate, R_f-Werte 286
Aceton, Einfluß von Alkali auf die Jodoformreaktion von Aceton 210; Untersuchung des Gemisches mit Wasser 324; bei der photometrischen und konduktometrischen Titration von Lithium 111; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190
Acetonsemicarbazon, Bestimmung 210
3-(1-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycumarin, Nachweis 452
Acetphenetidin, Schnellbestimmung 60
4-Acetylamino-4′-methoxydiphenylamin, Indicator 367
N-Acetyl-p-Aminosalicylsäure, R_f-Werte und Farbreaktionen 70
2-Acetyl-3-naphthoesäure, Reagens auf Zirkonium und Thorium 137
Acetylsalicylsäure, Schnellbestimmung 60
Acetylthioharnstoff, Infrarotspektrum 68
Acylierende Reagentien, Bestimmung kleiner Mengen 447
Adenin, Abtrennung 462
Adenosin, Nachweis 214; Abtrennung 462
Adenosindiphosphat, Abtrennung 462
Adenosinmonophosphate, Abtrennung 462
Adenosintriphosphat, Abtrennung 462
Adipinsäure, R_f-Wert 212
Adipinsäurediamid, Bestimmung 212
Adrenalin, Abtrennung 59; Nachweis in Nebennieren 158
Adrin, Röntgen-Beugungsinterferenzen 58
Äpfelsäure, papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 213
Aerosolteile, Größenverteilung 297
Ärztliche Diagnostik, Anwendung der Papierelektrophorese 364
Äthanol, Untersuchung des Gemisches mit Benzol und Wasser 323; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 191; Bestimmung in Blut 237; Bestimmung von Methanol in Äthanol 219
Äther, massenspektrometrische Analyse gesättigter aliphatischer Äther 206
Äthinyloestradiol, Untersuchung 230; Bestimmung in Pharmaceuticis 231
Äthisteron, Untersuchung 230
Äthylamine, Bestimmung in Urotropin neben Ammoniak 208
Äthylcentralit, Bestimmung von Phthalatester in Gegenwart von Äthylcentralit 51
Äthyl-crotylbarbitursäure, Nachweis in biologischem Material 78
Äthylendiamin-di(o-hydroxyphenylessigsäure) zur Bestimmung von Eisen 440
Äthylendiamintetraacetatlösungen, Einstellung 128
Äthylendiamintetraessigsäure als Maskierungsmittel 130
Äthylenglykol, Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190; Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Äthylenthioharnstoff, Röntgen-Beugungsinterferenzen 58
Äthylenthiurammonosulfid, Röntgen-Beugungsinterferenzen 58
Äthylmorphin, R_f-Wert 65; Bestimmung von Scopolamin neben Äthylmorphin 236
Äthylpyridine, Infrarotabsorption 43
Agrikulturchemie, Bestimmung von Strontium neben anderen Metallen 252
Ajmalin, Bestimmung 236
Aktivkohle, Bestimmung von Schwefel 389
Alanin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
D,L-Alanin, Infrarotspektren von Derivaten 68

Albaspidin, R_f-Wert 229
Aldehyde, chromatographische Untersuchung homologer Reihen 284; Bestimmung aromatischer Aldehyde 294
Aldehyde der Pyridincarbonsäuren, polarographische Bestimmung 446
Aliphatische Kohlenwasserstoffe, Bestimmung von Doppelbindungen 206
Alkali, Bestimmung in Brennstoffaschen 46; Bestimmung von C und H in alkalihaltigen organischen Verbindungen 386; Einfluß auf die Jodoformreaktion von Aldehyden und Ketonen 210
Alkalicarbonate, Bestimmung neben Alkalihydroxyden 369
Alkalien, argentometrische Bestimmung der Tetraphenyloborate 369
Alkalihydroxyde, Bestimmung neben Alkalicarbonaten 369; Trennung der Elemente der Kupfer- und Arsengruppe in Gegenwart von Alkalihydroxyden 366
Alkalimetalle, Bestimmung in verschiedenen Wässern 144
Alkalimetrie, im wasserfreien Medium 290
Alkaloidartige Substanzen, Bestimmung im Harn 315
Alkaloide, Bestimmung 57; elektrochromatographische Verteilung 66; Bestimmung der Gesamtalkaloide in Tinctura Chinae 237; Isolierung bei forensischen Untersuchungen aus biologischem Material 464
Alkaloide mit Methylenoxydgruppen, Bestimmung 64
Alkohol siehe Äthanol
Alkohole, chromatographische Untersuchung homologer Reihen 284
Alkoxylgruppen, Mikrobestimmung 207
n-Alkyldithiolester der Sebacinsäure, Röntgen-Pulverdiagramme 214
Alkylhalogenide, chromatographische Untersuchung homologer Reihen 284
Alkylpyridine, Infrarotabsorption 43
Allethrin, Zusammenstellung verschiedener Analysenmethoden 155
Aloin, papierchromatische Bestimmung 61
Aluminium, elektrophoretische Untersuchung 410; potentiometrische Bestimmung 81; Ultramikrobestimmung 290; komplexometrische Bestimmung 378; Trennung von Eisen 440; Bestimmungsmethoden in Aluminiumsilicaten 394; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Bestimmung von Beryllium neben Aluminium 374; von Zink und Blei sowie von anderen Metallen 146; Nachweis von Cadmium neben Aluminium 29; Bestimmung von Germanium neben Aluminium 394; von Chrom neben Aluminium 34
Aluminiumlegierungen, Einfluß von Legierungsbestandteilen auf die flammenphotometrische Bestimmung von Kupfer 195; Bestimmung von Eisen 440
Aluminiumoxyd, Bestimmung in Hochofenschlacke 396
Aluminiumsilicate, Bestimmungsmethoden für Aluminium 394
Aluminiumsilicat-Katalysatoren, Bestimmung der Aktivität 393
Ameisensäure, R_f-Wert 212; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190
Ameisensäureester, Bestimmung in Essenzen und Aromen 447
Amidopyrin, Bestimmung in analgetischen Präparaten 234
Amidosulfat, papierchromatographische Untersuchung 436
Amidosulfonsäure, titrimetrische Bestimmung kleiner Mengen 139
Amine, chromatographische Untersuchung homologer Reihen 284; Mikrobestimmung sekundärer aliphatischer Amine 443; Analyse von nitrierten oder chlorierten aromatischen Aminen 40; Bestimmung in Urotropin neben Ammoniak 208; siehe auch aromatische Amine
4 - Amino - 3,4′ - dimethoxydiphenylamin als Indicator 367
Aminogruppen, Reaktion primärer Aminogruppen mit Nitrosylbromid 208; Bestimmung primärer Aminogruppen nach van Slyke 207; Bestimmung in Eiweiß 207
Aminoguanidinhydrochlorid, Bestimmung 210
2-Aminonaphthalin-5-sulfonsäure zum Nachweis von Zinn 136
o-Aminophenol, Nachweis 30, 31
Aminosäurelösungen, Entsalzung 308
Aminosäuren, Fließmittel der Papierchromatographie 287; Bestimmung kleiner Mengen 308; Bestimmung von substituierten Derivaten 67; bei der Identifizierung von Weinen 217; papierchromatographische Trennung im Blut 156
Aminosäure-Seitenketten, Infrarotspektren 68
p-Aminosalicylsäure, R_f-Werte und Farbreaktionen 70; papierchromato-

graphische Trennung von Stoffwechselprodukten 69
p-Aminosalicylsäurederivate, R_f-Werte und Farbreaktionen 70
p-Aminosalicylursäure, R_f-Werte und Farbreaktionen 70
Aminostickstoff, Bestimmung in Eiweiß 207
3-Amino - 1,2,4 - triazol, Bestimmung in biologischem Material 462
Ammoniak, Mikrokristallreaktion 382; colorimetrische und volumetrische Bestimmung 382; Bestimmung in Seewasser 298; bei der Bestimmung von Harnstoff 459; Bestimmung von Aminen in Urotropin neben Ammoniak 208
Amylase, Bestimmung in Körperflüssigkeiten 463
Amytal, R_f-Wert 78
Analgetica, Nachweis 79; Bestimmung von Amidopyrin 234
Analyse, Statistik in der chemischen Analyse 273, 330; Varianzanalyse zur Lösung von analytisch-chemischen Problemen 13; Endpunktsbestimmung bei potentiometrischen Analysen 169; Apparatur zur thermischen Analyse 131; Verwendung verdünnter Reagentien 365; organische Reagentien in der anorganischen Analyse 349, 403; Verwendung von Silberdichromat in der Kohlenstoff-Wasserstoff-Verbrennungsanalyse 21; silberhaltige Katalysatoren für die Verbrennungselementaranalyse 202
Δ_2-Androsten-17-on, Bestimmung im Harn 159
Anilin, Identifizierung 293
2-Anilinomethyl-2-imidazolin, Bestimmung 233
Anilinverbindungen, Charakterisierung 293
Anionen, papierchromatographische Trennung 286; Trennung anorganischer Anionen durch Papierelektrophorese 363; Abhängigkeit des Redoxpotentials für Cer von den Anionen 379
Anisidin, Nachweis 294
Anorganische Analyse, Verwendung organischer Reagentien 349, 403
Anorganische Ionen, Papierchromatographie 123
Anorganische Stoffe, Schmelzpunktsbestimmung 370
Antazolin, Bestimmung 233
Anthracen, photometrische Analyse von Gemischen mit Carbazol 40
Anthranilsäure, Mitfällung von Zink, Cadmium und Quecksilber 375
Anthrazit, Bestimmung von Schwefel 389
Antibiotica, spektralphotometrische Bestimmung 62
Anticholinergicum Tral, Bestimmung 228
Antihistaminica, mikrochemischer Nachweis 59
Antimon, Abscheidungsspannung 126; Jodokomplex 27; elektrophoretische Untersuchung 410; Abtrennung von Niob 139; Bestimmung im Abwasser 144; in Weißmetallen 301; in Gußeisen 304
Antimon(III), Titration 367
Antimon - Zinnlegierungen, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Kupfer 195
Antistin, Bestimmung 233
Antu, Nachweis 452
Apoatropin, Bestimmung 57
Arabinose, Nachweis 214; Bestimmung in Seewasser 298
Argentometrische Titration von Salzgemischen 129
Arginin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
L-Arginin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Argon, Bestimmung neben H_2, N_2, CO und CO_2 373
Aromaten, Bestimmung in Kohlenwasserstoffen 49
Aromatische Amine, Charakterisierung 293; Nachweis 294
Aromatische Kohlenwasserstoffe, Bestimmung in der Luft 390
Aromatische Verbindungen, Nachweis heterosubstituierter Verbindungen 42
Aromen, Bestimmung der Ameisensäure ester 447
Arsen, Nachweis 138; elektrophoretische Untersuchung 410; Bestimmung von 3- und 5-wertigem Arsen 432; Bestimmung von Germanium neben Arsen 394
Arsen(III), Titration 367; oxydimetrische Bestimmung 1
Arsenat, Abtrennung 363
Arsengruppe, Trennung der Elemente der Kupfer- und Arsengruppe 366
Arsenige Säure, Titration 291
Arsenit, Abtrennung 363
Arsentrioxyd, Titration mit Jodmonochlorid 339

Arzneimittel, Bestimmung von Wismut 58; Analyse auf Stickstoffverbindungen 293; Untersuchung von Modiscop 236
Arzneimittelanalyse (HRDÝ, JINDRA, JUNG, SLOUF, ZÝKA) 56 [L]
Arzneimittelprüfung, mittels Papierchromatographie 57
Arzneistoffe, Wertbestimmung und Reinheitskontrolle 57; Nachweis der Ausscheidungsprodukte toxikologisch wichtiger Arzneistoffe 79
Arzneizubereitungen, Bestimmung von Capsaicin 229
Asche, Bestimmung in Heizölen 397
Ascorbinometrische Bestimmungen, Anwendungen 6
Ascorbinsäure, analytische Anwendungen der ascorbimetrischen Bestimmungen 6; Tüpfelnachweis 443; Bestimmung durch Titration mit Cyanoferrat(III) 225; bromatometrische Bestimmung 32
Asparagin, Bestimmung 212; in Pflanzensäften 398
L-Asparagin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Asparaginsäure, Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320; Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311
D,L-Asparaginsäure, Infrarotspektren von Derivaten 68
Aspidin, R_f-Wert 229
Aspidinol, R_f-Wert 229
Astralblau G, Indicator in der Mercurimetrie 368
Atropin, Bestimmung 57
Atropinum sulfuricum, Bestimmung 57
Ausscheidungen an Metallen, spektrographische Untersuchung 361
Austern, Bestimmung polycylischer aromatischer Kohlenwasserstoffe 56
Azelainsäure, R_f-Wert 286
Azolithmin, Bestimmung im Handelslackmus 154
p-Azophenyl-derivate von Aminosäuren, Infrarot-Absorptionsspektren 67
Azurblau S, Indicator in der Mercurimetrie 368

Bakteriologische Nährböden, Bestimmung reduzierender Stoffe 158
Barbiturate, Nachweis 77; Identifizierung in biologischem Material 239
Barium, Ultramikrobestimmung 289; chromatographische Abtrennung 134; Bestimmung im Abwasser 144; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Bestimmung von Strontium neben Barium 252
Bariumchlorid, R_f-Wert 286
Bariumsulfatsuspension, Darstellung 145
Basen, Identifizierung primärer und sekundärer Basen bei der Hochdruckhydrierung von Braunkohle 293; Bestimmung in flüssigen und festen Teerdestillaten 46
Baumwolle, Bestimmung von Kupfer in imprägniertem Tuch 154
Baumwollsaatmehl, Bestimmung von Gossypol 453
Baumwollsamenöl, Bestimmung in anderen Ölen 220
Becher aus Hostaflon, chemische und thermische Beständigkeit 153
4-Benzalamino - 4′ - methoxydiphenylamin als Indicator 367
Benzalazin, Bestimmung 210
Benzalchlorid, zum Nachweis heterosubstituierter aromatischer Verbindungen 42
Benzalsemicarbazon, Bestimmung 210
Benzamid, Bestimmung 212
Benzantracen, Bestimmung in Austern 56
Benzatin, Bestimmung in Penicillin-Benzatin 62
Benzfluoranthen, Bestimmung in Austern 56
Benzin, Bestimmung von Tetraäthylblei 137
Benzoesäure, Nachweis in Lebensmitteln 222
11-H-Benzo-[b]-fluoren, Nachweis in Industrieabgasen 391
Benzoin, Reagens zur Bestimmung von Bor 135
Benzol, Untersuchung des Gemisches mit Äthanol und Wasser 323
Benzole, Analyse der Reaktionsgemische chlorierter Benzole 446
Benzo-[α]-pyren, Nachweis in Luft und Industrieabgasen 391
Benzolperoxyd, Bestimmung 292
Benzperylen, Bestimmung in Austern 56
Benzpyren, Bestimmung in Austern 56
β-Benzylphenylhydrazin zur Bestimmung von Vanadium 433
Bernsteinsäure, papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 213; R_f-Wert 212; Nachweis und Bestimmung in Lacken 50
Beryllium, elektrophoretische Untersuchung 410; Bestimmung neben Aluminium 374
Bilirubin, Nachweis in pathologischem Serum und Harn 159; Abtrennung aus Serum und Harn 315

Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung von Natrium mit der Glaselektrode 155
Biologisches Material, Identifizierung der Barbiturate 239; Bestimmung von 3-Amino-1,2,4-triazol 462; Abtrennung von Alkaloiden 464; toxikologische Bestimmung von Strychnin 67
Biologische Substanzen, Bestimmung von Fluor 456
3,3′-Bis[N,N′-di(carboxymethyl)-aminomethyl]-o-kresolsulfonphthalein, Indicator bei Fällungstitrationen 345
Blätter, Isolierung von Triphenylzinnacetat 429
Blei, Reaktion mit 2-Mercaptochinolin 183; Ultramikrobestimmung 289; papierchromatographische Abtrennung 123; elektrophoretische Untersuchung 410; elektrophoretische Abtrennung 363; Bestimmung durch Hochfrequenztitration 137; chelatometrische Bestimmung mit Variaminblau als Indicator 376; mit Eriochromblau S. E. als Indicator 341; Bestimmung in Legierungen, z. B. Lagermetallen 300; in Aluminium 146; in Indium 299; in Weißmetallen 300, 301; Bestimmung des oxydierten Anteils in Bleimetall 147; von Spuren Thallium 146; von Germanium neben Blei 394; von Wismut 147; von Tellur, 148
Bleibromid, R_f-Wert 286
Bleichlorid, als Urtitersubstanz für ÄDTA-Lösungen 128
Bleihalogenide, Hochspannungselektrophorese 287
Bleilegierungen, Bestimmung von Wismut 147; von Tellur 148
Bleilösung, Endpunktsbestimmung bei der Titration von Wolframat mit Bleilösung 344; zur Bestimmung von Molybdat 104
Bleimetall, Bestimmung des oxydierten Bleis und des Sauerstoffs 147
Bleioxyd, Bestimmung von Spuren Thallium 146
Blut, Bestimmung von Arsen 432; von Fluor 456; von Alkohol 237; Trennung der Aminosäuren 156; Identifizierung von Barbituraten 239; Bestimmung von Cholesterin 71; von Prothrombin 314; von Zucker 460; Untersuchung auf Sorbit 214; Bestimmung der Amylase 464
Bluteiweißkörper, Bestimmung von Nucleinsäuren 160
Blutkatalase, Bestimmung 319
Blutserum, Bestimmung von Natrium 455
Blutzucker, Bestimmung 460
Boden, Bestimmung des Salzgehaltes 398
Bodenauszüge, Bestimmung von Strontium neben anderen Metallen 252
Bodenproben, thermogravimetrische Analyse 151
Bohnen, Bestimmung von Strontium 261
Bohnensaat, Bestimmung von freiem und gebundenem Inosit 399
Bor, Reagentien zur Bestimmung 135; Bestimmung in Vernickelungsbädern 395; in Düngemitteln 241; in Kohle und Kokereiprodukten 45
Borat, Abtrennung 363
Borkampka, Bestimmung von Bor 242
Bornitrophoska rot und blau, Bestimmung von Bor 242
Borphosphatkali, Bestimmung von Bor 242
Borrhekaphos, Bestimmung von Bor 242
Borrhenaniaphosphat, Bestimmung von Bor 242
Borsäure, flammenphotometrische Bestimmung 377; polarographische Bestimmung 135; Entfernung störender Ionen bei der Bestimmung 377
Borsuperphosphat, Bestimmung von Bor 242
Borverbindungen, Bestimmung von C, H und N in organischen Borverbindungen 386
Branntwein, Bestimmung von Methanol 218; von Methanol in Obstbranntwein 219
Braunerde, Bestimmung von Strontium 259
Baunkohle, Identifizierung der sekundären Basen bei der Hochdruckhydrierung 293
Brennstoffaschen, Schnellanalyse 46; Schmelzpunktsbestimmung 370
Brennstoffe, Bestimmung des Schwefelgehaltes fester Brennstoffe 397
Briketts, Bestimmung von Schwefel 389
Brillantfirnblau, Indicator in der Mercurimetrie 368
Brom, Titration 367; Bestimmung in organischen Substanzen 205
Bromaddition, zur Bestimmung von Linol- und Linolensäure 211
Bromat, Titration 370; Abtrennung 363
Bromatometrische Messungen, Bemerkungen und Anwendungen 32, 250, 401

1-Brom-2-hydroxy-3-naphthoesäure, Reagens auf Zirkonium und Thorium 137
Bromid, Bestimmung 368; Abtrennung 363; Bestimmung von Jodid neben Bromid 439
Bromierung, zur Bestimmung von Sauerstoff in Titan 149
Bromkresolpurpur, R_f-Wert 286
Brucin, zum Nachweis von Nitrat in Sprengstoffen 400
Brunnenwasser, Bestimmung von Calcium und Alkalimetallen 144
Bürette mit elektronischer Registrierung der Volumenänderung 372
Buttersäure, R_f-Wert 212
Butylcarbitol, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
tert.-Butyldiperterephthalat, Bestimmung 292
Butylgruppen, Infrarotabsorption von tert. Butylgruppen 43
tert.-Butylperbenzoat, Bestimmung 292
γ-Butyrolacton, R_f-Wert 212

Cadmium, Abscheidungsspannung 126; Jodokomplex 27; Mitfällung mit Anthranilsäure 375; Nachweis als Hexamethonium-Cadmiumjodid 27; Spezifität des Nachweises neben anderen Metallionen 29; Bestimmung 376; R_f-Werte verschiedener Salze 286; elektrochromatographische Wanderung 90; elektrophoretische Untersuchung 410; gravimetrische Schnellbestimmung 135; chelatometrische Bestimmung mit Variaminblau als Indicator 376; mit Eriochromblau S. E. als Indicator 341; Bestimmung im Abwasser 144; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Bestimmung von Spuren Thallium 146; von Germanium neben Cadmium 394
Cadmiumhalogenide, Hochspannungselektrophorese 287
Cadmiumoxyd, Bestimmung von Spuren Thallium 146
Cadmiumschwamm, Bestimmung von Spuren Thallium 146
Caesium, Mitfällung an Thallium(I)-salzen 132; γ-spektrometrische Analyse eines Isotopengemisches 132; Darstellung aus Uranspaltprodukten 132
Calcium, Einfluß von Phosphor auf die Calciumemission in der Flamme 91; Ultramikrobestimmung 289; chromatographische Abtrennung 134; R_f-Werte verschiedener Salze 286; komplexometrische Bestimmung neben Magnesium 134; Trennung von Strontium 375; Bestimmung in verschiedenen Wässern 144, 392; in verschiedenen Gesteinen 150; in Hochofenschlacken 396; in Brennstoffaschen 46; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Bestimmung von Strontium neben Calcium 252
Calcium-45, zur Bestimmung der Wirksamkeit eines Reinigungsmittels für Milchkannen 154
Calciumbromid, R_f-Wert 286
Calciumcarbonat, Bestimmung in Bodenproben 151
Calciumphosphatgel, zur Chromatographie von Desoxyribonucleinsäure 76
Calciumsulfat, Bestimmung im Boden 151
Camphenoxyd, Bestimmung 42
Cantharidin, Bestimmung 230
Caprylsäure, R_f-Wert 286
Capsaicin, Bestimmung in Salben und ähnlichen Zubereitungen 229
Carbaminyltaurin, Identifizierung im Harn 239
Carbazol, photometrische Analyse von Gemischen mit Anthracen 40
Carbetapentencitrat, Reinheitsprüfung 58
Carbonatgesteinen, Bestimmung von Calcium 150
Carbonsäureamide, Bestimmung 212; durch Verseifung 444
Carbonsäuren, Nachweis mit Hilfe ihrer Anilide 210; papierchromatographische Abtrennung 211; Bestimmung der Amide durch Verseifung 444
Carbowachse, Reaktionen mit Natriumtetraphenyloborat 38
Carbowax, Bestimmung von Tral neben Carbowax 228
Carbowax 400, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Cardenolide, Bestimmung 232
Cellulosefasern, Bestimmung der Restsäure 450
Cephaelin, Bestimmung 66
Cer, Abhängigkeit des Redoxpotentials Cer(IV)/Cer(III) von der Art des Anions 379; Bestimmung 129; R_f-Werte verschiedener Salze 286; Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 58
Cer(IV), Titration 367
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Eiweiß 459

Chelatometrie im Ultramikromaßstab 289; Eriochromcyanin als Indicator 128; Eriochromblau S. E. als Indicator 340; Chromazurol S als Indicator 129; Einstellung von ÄDTA-Lösungen 128
Chemie der Metallchelatverbindungen, (Martell, Calvin) 120 [L]
Chemische Analyse, Statistik 273, 330
Chinin, Bestimmung 237; Isolierung aus biologischem Material 464
Chinolin, Bestimmung 43
Chinoncharakter der Oxydationsprodukte bituminöser Kohle 45
Chlor, Bestimmung in organischen Substanzen 205
Chloralhydrazin, Bestimmung 210
3-Chlor-Δ_5-androsten-17-on, Bestimmung im Harn 159
Chlorat, Abtrennung 363
p-Chlorbenzhydryl-m-methylbenzyl-piperazin, nichtwäßrige Titration 236
Chlorbenzoesäuren, Nachweis in Lebensmitteln 222
γ-Chlordan, Röntgen-Beugungsinterferenzen 58
5-Chlor-4-hydroxy-3-methoxybenzyl-isothioharnstoffphosphat, Testsubstanz für mikrochemische Elementaranalysen 383
Chlorid, Bestimmung 368; Abtrennung 363; Bestimmung in Wasser 145
Chlornitrobenzole, Bestimmung 216; polarographische Untersuchung von Mischungen 124
o-Chlorobenzalsemicarbazon, Bestimmung 210
Chlorophyllderivate, ringchromatographische Untersuchung 285
p-Chlorphenol, Bestimmung 55
Cholesterin, Ausschaltung des Bromidfehlers bei der Bestimmung mit Eisen(III)-chlorid und Schwefelsäure 71; Bestimmung in Gegenwart überschüssiger Glyceride 461; Bestimmung im Blut 71; im Serum 70; Bestimmung von α- und β-Lipoprotein in Cholesterin 71
Cholesterin-Stigmasterin-Gruppe, Tüpfelproben 72
Cholesterin-Tomatid, Analyse 72
Cholin, analytische Daten 75
Chrom, Titration 367; Bestimmung neben Aluminium 34; Bestimmung kleiner Mengen im Stahl 306; in Nickel und Vanadium 306; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Bestimmung von Vanadium und Nickel in Chrom 306
Chromat, Reaktion mit Chromotropsäure 413; Titration 367; mit Silbernitrat 175; ascorbinometrische Bestimmung 6; Abtrennung 363
Chromatopolarographie, Präparierung des Gummis für die Füllung von Säulen 124
Chromazurol S, Indicator in der Chelatomerie 129
Chromeisenstein, Analyse 34
Chromotropsäure, Farbreaktion mit Titan 412; zum Nachweis von Titan 412; zur Bestimmung von Methanol 13
Chrysen, Nachweis in Luft und Industrieabgasen 391; Bestimmung in Austern 56
Cinchonin, Bestimmung 237
Citral, Bestimmung in Citronenöl und Lemongrasöl 58
Citratlösliche Phosphorsäure, Bestimmung 52
Citronenöl, Bestimmung von Citral 58
Citronensäure, Abtrennung 213; papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 213
Citronensäurelöslicher Phosphatgehalt, Bestimmung 152
Cliradon, R_f-Wert und Farbreaktion 316; Nachweis 79
Cocain, elektrochromatographische Bestimmung 66
Codein, Bestimmung 80; R_f-Wert 65; elektrochromatographische Bestimmung 66
Coffein, Schnellbestimmung 60; Bestimmung in „coffeinfreiem" Kaffee 222
Convallaria majalis, Untersuchung der Auszüge 231
Corticosteron, colorimetrische Bestimmung 72
Cortison, Bestimmung 72
Cortisonacetat, colorimetrische Bestimmung 72
Cortison-21-aldehyd, colorimetrische Bestimmung 72
Cortisonderivate, colorimetrische Bestimmung 72
Cotarnin, Bestimmung 64
Coulometrie, Prinzip sowie Vor- und Nachteile 127
Cumarin, Abtrennung 295
Curcumin, polarographisches Verhalten 295; Reagens zur Bestimmung von Bor 135
Cyanhämiglobin, Bestimmung von Hämoglobin als Cyanhämiglobin 314
Cyanid, mikroanalytischer Nachweis 362

Cyanin B, Indicator in der Mercurimetrie 368
Cyanoferrat(II),mikroanalytischerNachweis 362; Titration mit Permanganatlösung 266; mit Jodmonochlorid 339; arsenometrische Bestimmung 359
Cyanoferrate, ascorbinometrische Bestimmung 6; Abtrennung 363
Cyanolechtgrün, Indicator in der Mercurimetrie 368
Cyanwasserstoff, Anzeigegerät zur kontinuierlichen Bestimmung 391
Cyclohexanon, bei der photometrischen und konduktometrischen Titration von Lithium 111
Cycloparaffin, Trennung von Paraffin 48
Cystein, Bestimmung in Proteinen, durch Hydrazinolyse 308; in Proteinhydrolysaten 311
Cysteinäthylesterhydrochlorid, Titration der Sulfhydrylgruppen 209
Cysteinhydrochlorid, Tüpfelnachweis 443; Titration der Sulfhydrylgruppen 209
Cysteinsäure, Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
L-Cystin, Infrarotspektren von Derivaten 68

Decahydro-9-naphthylperoxyd, Bestimmung 292
Dehydroisoandrosteron, Bestimmung 73
Dehydronovobiocin, Bestimmung 62
Demerol,Bestimmung kleinerMengen234
Derivatograph, Mikrodestillationsmethode zur Untersuchung von Flüssigkeitsgemischen 321
Desaminierung, kinetische Untersuchung der Desaminierung von Eiweißstoffen 207
Desapidin, R_f-Wert 229
Desoxyadenosin, Nachweis 214
Desoxycorticosteronacetat, colorimetrische Bestimmung 72
Desoxyribonucleinsäure, Chromatographie an Calciumphosphatgel 76
Diabetikerkonserven, Untersuchung auf Sorbit 214
2-[Di-(N-acetylsulfanyl)]aminothiazol, Bestimmung 56
Diäthylenglykolmonobutyläther, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Diäthylenglykolmonomethyläther, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Diäthylentetraammoniumsulfatocerat zur Bestimmung organischer Hydrazinderivate 210
Diäthylphthalat, Bestimmung in Sprengstoffen 51
Dial, R_f-Wert 78
Dialkylperoxyde, Bestimmung 292
2,4-Diamino-4′-methoxydiphenylamin, als Indicator 367
Diacylperoxyde, Bestimmung 292
N,N-Dibenzyläthylendiamin, Bestimmung in Penicillin-Benzatin 62
5,7-Dibrom-8-hydroxychinolin zur Bestimmung von Molybdän 437
Dibutylphthalat, Bestimmung in Sprengstoff 51
Dicarbonsäure, papierchromatographische Abtrennung 211
Dichloracetate, R_f-Werte 286
4,4′-Dichlordiphenyldisulfimid, zur Charakterisierung von Anilinverbindungen 293
Dichlorphenol, Analyse 54
Dicksaft, Bestimmung von Wasser 53
Dicodid, Bestimmung 80; R_f-Wert und Farbreaktion 316
Di-n-decyläther, Massenspektrum 206
Dielektrizitätskonstante, Beziehungen zwischen R_f-Werten und Dielektrizitätskonstanten in der Papierchromatographie 286
Differentialpolarographie, elektronischer Schalter 125
Digitalisblätter, Bestimmung des Glykosidgehaltes 61
Digitalisglykoside, Bestimmung 57; Unterscheidung in Digitalisblättern 61
Digitalis purpurea, Glucosidbestimmung in den Blättern 62
Dihydrocumarin, Abtrennung 295
Dihydroxyaceton, Nachweis 214
3β,16α-Dihydroxy-Δ^5-androsten-17-on, Isolierung 73
Dihydroxydialkylperoxyd, Bestimmung 292
1,8-Dihydroxynaphthalin, zur Bestimmung von Titan im Stahl 303
1,2-Diisobutylenoxyd, Bestimmung 42
Diisonitrosoaceton, zur Bestimmung organischer Phosphorhalogenide, Säureanhydride und acylierender Agentien 447
1,6-Dijod-2-hydroxy-3-naphthoesäure, Reagens auf Zirkonium und Thorium 137
β-Diketone, Absorptionsspektren der Uranchelate 437
3,17-Diketosteroid, Bestimmung im Harn 159
Dilaudid, Bestimmung 80; R_f-Wert und Farbreaktion 315
Dimethyläther, Massenspektrum 206

p-Dimethylaminobenzaldehyd, Verwendung in der Mikroanalyse 443
p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin, zur heterometrischen Bestimmung von Silber 133
2-Dimethylamino-4,4-diphenylheptanon-(5)-hydrochlorid, Nachweis 79
Dimethylolharnstoff, Bestimmung in Harnstoffkondensationsprodukten 53
Dimethylphenylarsinsäure, zur Fällung von Metallen 130
Dimethylphthalat, Bestimmung in Sprengstoffen 51
Dinatriumäthylenbisdithiocarbaminat, Röntgen-Beugungsinterferenzen 58
Dinicotinoylhydrazid, Nachweis 296
Dinitrobenzoesäure, Abtrennung 124
m-Dinitrobenzol, Bestimmung 216
2,4-Dinitrochlorbenzol, Bestimmung 216
4,6-Dinitro-2-hydroxy-3-naphthoesäure, Reagens auf Zirkonium und Thorium 137
2,4-Dinitrophenylhydrazin, zur Bestimmung von Morphin 80
Dinitrothiophen, Bestimmung in Nitrobenzol 448
2,6-Dinitro-4-toluidin, Bestimmung 216
Dinitrotoluol, Abtrennung 124; Bestimmung von Phthalatestern in Gegenwart von Dinitrotoluol 51
2,4-Dinitrotoluol, Bestimmung 216
Dinitroverbindungen, volumetrische Bestimmung 216
Dioctylphthalat, Bestimmung in Sprengstoffen 51
Dioxan, Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190
Dioxy-17-ketosteroid, Bestimmung im Harn 159
1,8-Dioxynaphthalin, Farbreaktion mit Titan 412
Diphenylamin, zum Nachweis von Nitrat in Sprengstoffen 400; Bestimmung von Phthalatestern in Gegenwart von Dipenylamin 51
Diphenylaminsulfonsäure, Indicator bei der Jodidbestimmung 368
Dipenylbenzidin, zum Nachweis von Nitrat in Sprengstoffen 400
1,1-Diphenyl-1-dimethylaminoäthylbutanon-2-hydrochlorid, Nachweis 79
Diphenyldimethylformamid, Bestimmung 212
Diphenyl-methyl-9-xanthenylperoxyd, Bestimmung 292/293
1,4-Diphenylpiperazin, nichtwäßrige Titration 236
Diphosphat, Abtrennung 363
Dissoziationskonstanten zweibasischer Säuren, Bestimmung 370
Disulfidbindung, polarographischer Nachweis 44
Disulfimide, als Reagentien zur Isolierung von organischen Stickstoffverbindungen 293
2,6-Ditertiärbutyl-p-kresol, zur Bestimmung von Cortison, Hydrocortison und ähnlichen Steroiden 72
Dithiocarbaminat-Fungicide, Bestimmung der Rückstände 400
Dithiocarbaminatgruppe, Bestimmung 209
Dithionat, papierchromatographische Abtrennung 286
Dithionit, Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 435
Dithizon, Anwendung in der Mikro- und Spurenanalyse (IWANTSCHEFF) [L] 282
n-Dodecyldithiolester der Sebacinsäure Röntgenpulverdiagramm 214
Dodecylmercaptan, Titration der Sulfhydrylgruppe 209
Dolantin, Nachweis 79; R_f-Wert und Farbreaktion 316
Dolomit, Bestimmung von Calcium und Magnesium 134
Doppelbindungen, Bestimmung in aliphatischen Kohlenwasserstoffen 206
Doriden, R_f-Wert 78
Dromoran, R_f-Wert und Farbreaktion 316
Düngekalk, Bestimmung von Strontium 259
Düngemittel, Bestimmung von Bor 241; colorimetrische Phosphatbestimmung 152
Dünnsaft, Bestimmung von Wasser 53

E 605, Nachweis 80
Edelstahl, Bestimmung von Urandioxyd 306
Eichmessungen, Auswertung photometrischer Eichmessungen 330
Eisen, Rhodanokomplex 27; Reaktion mit Chromotropsäure 413; spektrophotometrische Bestimmung 440; Trennung von Aluminium 440; Bestimmung in Wasser 145; in Aluminiumlegierungen 146, 440; in Ton und Kalkstein 151; in Hochofenschlacke 396; in Phosphorsäure und Phosphaten 395; Bestimmung des nicht an Hämoglobin gebundenen Eisens im Knochenmark 156; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Bestimmung von Germanium

neben Eisen 394; von Zinn 303; von Titan 303
Eisen(II), Titration 367; mit Permanganatlösung 266
Eisen(III), mikroanalytischer Nachweis 362; Bestimmung in der Titanweißfabrikation 125
Eiweiß, Bestimmung im Knochenmark 156; in der Cerebrospinalflüssigkeit und im Serum 459; Bestimmung von primären Aminogruppen und Aminostickstoff 207; von Nucleinsäuren 160
Elektrochromatographie zur Untersuchung von Ionen 87, 408
Elektroden, Verwendung von Gold-, Platin-, und Palladium-Indicatorelektroden 126; elektronischer Schalter für die Differentialpolarographie an der Quecksilbertropfelektrode 125
Elektrogravitationstrennung, Theorie 126
Elektrophorese, Überblick über den Stand elektrophoretischer Untersuchungen 364; kontinuierliche Ablenkungselektrophorese 364; immunophoretische Technik 313
Elementaranalyse, Testsubstanz für organische Verbindungen 383; Verwendung von Silberdichromat bei der C-H-Verbrennungsanalyse 21; Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Substanzen 384; von C und H in alkali- und erdalkalihaltigen organischen Verbindungen 386; Mikro- und Halbmikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in fluorhaltigen organischen Substanzen 202; Schnellbestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in fluororganischen Verbindungen 385; Bestimmung von C, H und N in organischen Borverbindungen 386; Indophenolblau-Reaktion zur photometrischen Stickstoffbestimmung 415; Mikrobestimmung von Stickstoff 203; Bestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 386; von Phosphor in fluorhaltigen organischen Verbindungen 203; von Schwefel in organischen Substanzen 387, 388, 389; des organisch gebundenen Fluors 204; von Chlor und Brom in organischen Substanzen 205
Emetin, Bestimmung 66
Emetinhydrochlorid, Reinheitsprüfung 66
Endpunkt, Bestimmung bei potentiometrischen Analysen 169
Enzyme, elektrophoretische Frontalanalyse 316
Epoxyde, Bestimmung von α-Epoxyden mit tertiärem C-Atom 42
Erdalkali, Bestimmung von C und H in erdalkalihaltigen organischen Verbindungen 386
Erdalkalicarbonatgemische, Bestimmung von Nitraten 394
Erden, Bestimmung des Salzgehaltes 398
Erdölprodukte, Bestimmung des Gesamtschwefels 47
Eriochromblau S. E. als Indicator für chelatometrische Titrationen 340
Eriochromcyanin als Indicator in der Chelatometrie 128
Eriochromschwarz T, ähnliche Metallindicatoren 368
Erioglaucin A, Indicator in der Mercurimetrie 368
Eriogrün B, Indicator in der Mercurimetrie 368
Erucasäure, Bestimmung in Rüböl 52
Erythrose, Nachweis 214
Erythrulose, Nachweis 214
Erze, Bestimmung von Schwefel 389
Essenzen, Bestimmung der Ameisensäureester 447
Essigsäure zur papierchromatographischen Trennung von Phospholipoiden 457; Titration mit Natronlauge 179; R_f-Wert 212, 286; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190
Essigsäureanhydrid, Bestimmung 444
Esteraseaktivität, photometrische Bestimmung 317
Esterglucuronid von N-Acetyl-PAS, R_f-Werte und Farbreaktionen 70
Eukodal, Bestimmung 80; R_f-Wert und Farbreaktion 315
Eupaverin, Bestimmung 64
Evipan, R_f-Wert 78
Exanthem, Bestimmung von Veronal 78
Extraktionsgerät für kleine Substanzmengen aus wäßrigen Lösungen 372

Faeces, Untersuchung auf Sorbit 214
Fällungstitrationen, Verwendung metallspezifischer Indicatoren 104, 344
Farben, Nachweis von Oiticicaöl 449
Ferbam, Bestimmung der Rückstände 400
Fermentationslösungen, Bestimmung von Fumarsäure 454
Fette, Erkennung gehärteter Fette in Schokoladeartikeln 221; Bestimmung von Tocopherol in oxydierten Fetten 225

Fettemulsionen, bei der papierelektrophoretischen Serumproteinbestimmung 312
Fettsäuregemische, massenspektrometrische Analyse 211
Filicinsäure, R_f-Wert 229
Filixsäure, R_f-Wert 229
Fischmehl, Bestimmung von Phosphor 453
Flame Photometry (Burriel-Martí und Ramírez-Muñoz) 361 [L]
Flamme, Einfluß des Phosphors auf die Calciumemission 91
Flammenphotometrie, Bandenemission und Eigenschaften von Kupfersalzen 283
Flavaspidinsäure, R_f-Wert 229
Flecken, Lokalisierung auf Papierchromatogrammen 123
Fleischprodukte, Bestimmung von Wasser 221
Flotationskonzentrate, Bestimmung von Germanium neben Al, Pb, As, Zn, Cd, Sn und Fe 394
Flüssigkeiten, Polarographie in strömenden Flüssigkeiten 125
Flüssigkeitsgemische, derivatographische Mikrodestillationsmethode 321
Fluor, Bestimmung 140; von organisch gebundenem Fluor 141, 204; colorimetrische Bestimmung in organischen Substanzen 456
Fluoranthen, Nachweis in Luft und Industrieabgasen 391; Bestimmung in Austern 56
1-Fluor-2,4-dinitrobenzol zur Fällung von Morphin in Opium und galenischen Präparaten 65
Fluoren, Nachweis in Industrieabgasen und Luft 391
9-Fluorenone, Nachweis in Luft und Industrieabgasen 391
Fluorhaltige organische Substanzen, Mikro- und Halbmikrobestimmung von C und H 202; Bestimmung von Phosphor 203
Fluorid, photometrische Bestimmung 438; spektralphotometrische Bestimmung 141; Abtrennung 363
Fluorimeter, direkt anzeigendes Fluorimeter 282
9α-Fluorohydrocortison, colorimetrische Bestimmung 72
9α-Fluorohydrocortisonacetat, colorimetrische Bestimmung 72
Fluororganische Substanzen, Bestimmung von C und H 385
Flußwasser, Bestimmung von Calcium und Alkalimetallen 144
Forensische Analyse, Unterscheidung von Morphinderivaten 80
Formamid, Bestimmung 212
Formazanreaktion in der Kohlenhydratchemie 446
Formylviolett, Indicator in der Mercurimetrie 368
Fruchtsäfte, Bestimmung von Sauerstoff 217
Fructose, Nachweis 214
D-Fructose, Nachweis im Tabak 215
Fucose, Nachweis 214
Fumarsäure, Bestimmung in Fermentationslösungen 454
Fungicide, Bestimmung der Rückstände von Dithiocarbaminat-Fungiciden 400
Furandicarbonsäure-(2,5), Nachweis im Menschenharn 74
2-Furoylperfluorbutyrylmethan, Absorptionsspektrum des Chelats mit Uran 437
2-Furoyltrifluoraceton, Absorptionsspektrum des Chelats mit Uran 437
Fusarinsäure, Nachweis und Bestimmung 44
Futtermittel, Bestimmung von Phosphor 453; von Gossypol in Mischfuttermitteln 453

Galakturonsäure, Nachweis 214
Galenische Präparate, Bestimmung von Morphin 65
Gallussäure, Nachweis 443
Gaschromatographie, Verwendung einer Ionisationsröhre als Empfänger 121
Gase, Polarographie in strömenden Gasen 125; Analyse brennbarer Gase 130; Bestimmung von Kohlendioxyd 146; Reaktionsküvette für die Mikroanalyse 131
Geflügel, Bestimmung von Piperazin in Futtermitteln 235
Gelbsucht, Bestimmung von Bilirubin in Serum und Harn 315
Gerbstoffglucoside, Bestimmung von Kohlenhydraten 455
Germanium, Nachweis 138; Bestimmung neben Al, Pb, As, Zn, Cd, Sn und Fe in Flotationskonzentraten 394
Gesteine, Bestimmung von Schwefel 389
Glas, Schmelzpunktsbestimmung 370
Glaselektrode, zur Bestimmung von Natrium in biologischen Flüssigkeiten 155
Glassorten, Bestimmung von Schwefel 389
Gleichgewichtskonstanten, in der Potentiometrie 179

Glucose, Nachweis kleiner Mengen in konzentrierten Maltoselösungen 53
D-Glucose, Nachweis im Tabak 215
Glucuronsäure, Nachweis 214; Bestimmung 39
Glutamin, Bestimmung in Pflanzensäften 398
L-Glutamin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Glutaminsäure, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
L-Glutaminsäure, Infrarotspektren von Derivaten 68
Glutaminsäure-Oxalessigsäuretransaminase, Bestimmung 76; im Serum 318
Glutaminsäure-Pyruvattransaminase Bestimmung 76
Glutarsäure, R_f-Wert 212
Glutathion, Titration der Sulfhydrylgruppe 209
Glyceride, Bestimmung von Cholesterin in Gegenwart überschüssiger Glyceride 461
Glycerin, Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190
Glycerinaldehyd, Nachweis 214
Glycin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311
D,L-Glycin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Glykokoll, Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
Glykoläther, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Glykole, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Glykolester, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Glykoside, Bestimmung in den Blättern von Digitalis purpurea 62
Glykosidgehalt, Bestimmung in Digitalisblättern 61
Glyoxal, Nachweis 30, 31
Gold, Abscheidungsspannung 126; Jodokomplex 27; Reaktion mit Chromotropsäure 413; mit 2-Mercaptochinolin 183; elektrophoretische Untersuchung 410; oscillopolarographisches Verhalten 133
Goldelektroden, in der Potentiometrie 126
Gossypol, Bestimmung in Mischfuttermitteln mit Baumwollsaatmehl 453
Grahamsches Salz, papierelektrophoretische Untersuchung 363
Grünraps, Bestimmung von Strontium 261
Guanidinotaurin, Identifizierung im Harn 239
Gußeisen, Bestimmung von Silicium als Molybdänblau 302; von Antimon in Gußeisen 304

Hämoglobin, Standardisierung des Bestimmungsverfahrens 314; Bestimmung als Cyanhämiglobin 314; Bestimmung des nicht gebundenen Eisens in Knochenmark 156
Harn, Aufteilung der Jodfraktion 456; Bestimmung des ausgeschiedenen Kobalts 156; von Harnsäure 75; von p-Hydroxypropiophenon 68; Nachweis von Furandicarbonsäure-(2,5) 74; Bestimmung von Zucker nach Verabreichung von Tetracyclin 158; von 3-Hydroxykynurenin 462; Identifizierung von Guanidino- und Carbaminyltaurin 239; Bestimmung alkaloidartiger Substanzen 315; Abtrennung von Bilirubin 315; Isolierung von Steroiden 73; Bestimmung der Gesamt-17-Ketosteroide 461; von 3-Hydroxy-17-ketosteroiden 159; siehe auch Urin
Harnsäure, Bestimmung im Harn 75
Harnstoff, Bestimmung als Ammoniak mit Neßlers Reagens 459
Harnstoffkondensationsprodukte, Bestimmung von Mono- und Dimethylolharnstoff in Kondensationsprodukten 53
Heizöle, Bestimmung von Asche 397
Heptan, Infrarotspektrum 206
Heterocyclen, Isolierung und Charakterisierung 293
Heterosubstituierte aromatische Verbindungen, Nachweis 42
Hexacyanoferrat(II), Bestimmung 6, 250, 359
Hexacyanoferrat(III) zur Bestimmung von Schwefelverbindungen nebeneinander 435; zur Bestimmung von Selenit 437; analytische Anwendungen der Reaktionen mit Ascorbinsäure 6
Hexamethonium-Cadmiumjodid beim Nachweis von Cadmium 27
n-Hexyldithiolester der Sebacinsäure, Röntgen-Pulverdiagramm 214
Hippursäure, Bestimmung im Urin 69
Hirn, Bestimmung löslicher Proteine 157
Histamin, analytische Daten 75; colorimetrische Bestimmung 74
Histidin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311

L-Histidin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Hochfrequenztitrationen, Anwendungen 127
Hochofenschlacke, Arbeitsvorschriften zur Untersuchung 396; Bestimmung von Calcium und Magnesium 396
Holunder, Bestimmung von Triphenylzinndiacetat 431
Homatropin, Bestimmung 57
Hostaflon, chemische und thermische Beständigkeit 153
Hundefutter, Bestimmung von Piperazin 235
Hyaluronidase-Präparate, Papierelektrophoretische und papierchromatographische Analyse 320
Hydrazinderivate, Bestimmung von organischen Hydrazinderivaten 210
Hydrazinolyse, zur Bestimmung von Cystein in Proteinen 308
Hydrazinometrische Messungen, kurze Mitteilung 369
Hydrazinsulfat, Titration 291; mit Jodmonochlorid 339
Hydrochinon, Titration mit Jodmonochlorid 339; mit Cer(IV)-sulfatlösung 263
Hydrocortison, Reinheitsprüfung 58; Bestimmung 72
Hydrocortisonacetat, colorimetrische Bestimmung 72
Hydrocortison-21-aldehyd, colorimetrische Bestimmung 72
Hydrocortisonderivate, colorimetrische Bestimmung 72
Hydrocortison-tertiärbutylacetat, colorimetrische Bestimmung 72
Hydrogensulfat, papierchromatographische Abtrennung 286
Hydrogensulfid, papierchromatographische Abtrennung 286
Hydrogensulfidlösung, zur Hochfrequenztitration von Zink 127
Hydrogensulfit, Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 435
Hydroperoxyde, Bestimmung 292
Hydroperoxydester, Bestimmung 292
Hydroxyalkylengruppen, Bestimmung in verschiedenen Verbindungen 445
p-Hydroxybenzoesäure, Nachweis in Lebensmitteln 222
4-Hydroxybenzthiazol, Dissoziationskonstanten als Säure und Base 296
8-Hydroxychinolin, R_f-Wert 286
16α-Hydroxydehydroepiandrosteron Bestimmung 73
Hydroxydialkylperoxyd, Bestimmung 292
Hydroxydion-hemisuccinat, Reinheitsprüfung 58
3-Hydroxy-17-ketosteroide, Bestimmung im Harn 159
3-Hydroxykynurenin, Bestimmung im Harn 462
2-Hydroxy-3-naphthoesäure, Reagens auf Zirkonium und Thorium 137
p-Hydroxyphenylalkylamine, Nachweis mit 1,2-Nitrosonaphthol 41
2-(o-Hydroxyphenylazo)-1,5-dihydroxynaphthalin, Indicator 368
1-(o-Hydroxyphenylazo)-2-naphthol, Indicator 368
4-(o-Hydroxyphenylazo)-resorcin, Indicator 368
Hydroxyprolin, Nachweis 310
L-Hydroxyprolin, Infrarotspektren von Derivaten 68
p-Hydroxypropiophenon, Bestimmung im Harn 68
Hydroxysäuren, papierchromatographische Abtrennung 211
Hydroxytyramin, Abtrennung 59
Hydroxyzinhydrochlorid, Reinheitsprüfung 58
Hyoscyaminum sulfuricum, Bestimmung 57
Hypobromit, Titration 367
Hypoxanthin, Abtrennung 462

Ikteruskranke, Bestimmung von Bilirubin in Serum und Harn 315
Imidazolin, Bestimmung in Nasentropfen und Tabletten 233
Imidodisulfamid, papierchromatographische Untersuchung 436
Imidodisulfat, papierchromatographische Untersuchung 436
Indicatoren, Verwendung metallspezifischer Indicatoren bei Fällungstitrationen 104, 344; mercurimetrische Titrationen mit Redoxindicatoren 368; Chromazurol S als Indicator in der Chelatometrie 129; Eriochromblau S. E. als Indicator bei chelatometrischen Titrationen 340; Eriochromcyanin in der Chelatometrie 128; einfache Metallindicatoren vom Typus des Eriochromschwarz 368; Verwendung von Kupferphthalocyanin-tetrasulfonsäure als Redoxindicator 263, 266; Verwendung von Phthalocyaninen als Redoxindicatoren 1
Indium, Bestimmung von Blei und Thallium 299
Indol, Bestimmung 452; in Teerfraktionen 46

Indol-3α-buttersäure, Bestimmung 452
Indol-3-carbonsäure, Nachweis 160
Indol-3-essigsäure, Bestimmung 452
Indophenolblau-Reaktion zur photometrischen Stickstoffbestimmung 415
Industrieabgase, Nachweis vielkerniger Kohlenwasserstoffe 391
Infrarotanalyse, Einrichtung und Dosierung vorgegebener Kohlenoxydmengen 284
Inosin, Abtrennung 462
Inosindiphosphat, Abtrennung 462
Inosinmonophosphat, Abtrennung 462
Inosintriphosphat, Abtrennung 462
Inosit, Bestimmung in Bohnensaat und Jungpflanzen 399; siehe auch Mesoinosit
Ionen, Papierchromatographie anorganischer Ionen 123; Elektrochromatographische Untersuchung 87, 408
Ionenaustauscher für mikroanalytische Nachweise 362
Ionisationsröhre als Empfänger in der Gaschromatographie 121
Ipecacuanha-Alkaloide, Papierchromatographische Auftrennung 66
Iridium, Bestimmung 143, 442; oscillopolarographisches Verhalten 133; Abtrennung von Platin 442
Isoleucin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
D,L-Isoleucin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Isonicotinamid, Nachweis 296
Isonicotinsäure, Nachweis 296
Isonicotinsäurehydrazid, Nachweis 296
Isopropylpyridine, Infrarotabsorption 43
Isotopenanalyse, Schwimmermethode zur Bestimmung der Dichteänderung des Wassers 297
Isotopenverdünnungsmethoden, Grundlagen 127; technische Durchführung 365
Isovaleriansäure, R_f-Wert 212

Jod, Bestimmung des proteingebundenen Jods 457
Jodat, Abtrennung 363
Jodfraktion, Aufteilung im Harn 456
Jodid, mikroanalytischer Nachweis 362; Bestimmung 368; kleiner Mengen 439; Abtrennung 363; Bestimmung neben Bromid 439
Jodmonochlorid als volumetrisches Reagens 338; Bestimmung nach der Natriumacetatmethode 338
Jodoformreaktion, Einfluß von Alkali auf die Jodoformreaktion 210
Jodzahl, Bestimmung 292
Jungpflanzen, Bestimmung von freiem und gebundenem Inosit 399

Kaffee, Bestimmung von Kaffeesatz in geröstetem Kaffee 221; von Coffein in „coffeinfreiem" Kaffee 222
Kaffeesatz, Nachweis in geröstetem Kaffee 221
Kalium, Bestimmung in natürlichem Wasser 392; in Brennstoffaschen 46; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193
Kaliumantimonyltartrat, Titration mit Jodmonochlorid 339
Kaliumchlorid, R_f-Wert 286
Kaliumcitrat, R_f-Wert 286
Kaliumcyanidlösungen, Abscheidungspotentiale von Metallionen bei der Elektrolyse 126
Kaliumjodid in Gegenwart von Pyramidon zur Bestimmung von Wismut 433
Kaliumrhodizonat, zur Trennung von Strontium und Calcium 375
Kalkarten, Bestimmung von Schwefel 389
Kalkstein, Bestimmung von Magnesium 374; von Eisen 151
Kalomeltabletten, Bestimmung von Quecksilber 226, 227
Kalypnon, Nachweis in biologischem Material 78
Kaninchen, Bestimmung der Blutkatalase 320
Karl-Fischer-Titrationen, allgemeine Übersicht 130
Katalase, Bestimmung der Blutkatalase 319
Katalysatoren, Bestimmung der Aktivität von Aluminiumsilicat-Katalysatoren 393; Bestimmung von Quecksilber 152
Kathoden, siehe Oxydkathoden
Kationen, Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 192
Kationit, Bestimmung der Sulfogruppen in Kationit Sulfokohle 47
Katzen, Bestimmung der Blutkatalase 320
Keramik, Schmelzpunktsbestimmung 370
11-Ketoätiocholanolon, Bestimmung 73
Ketone zur papierchromatographischen Trennung von Phospholipoiden 457; chromatographische Untersuchung homologer Reihen 284
17-Ketosteroide, Tüpfelprobe 72; Bestimmung 73; im Harn 461

17-Ketosteroidextrakte, Reinigung für die Infrarotanalyse 73
Kieselsäure, Reinheitsprüfung 36; Bestimmung in Hochofenschlacke 396
Kirschen, Bestimmung von Triphenylzinnacetat 431
Kleber, Bestimmung von Wasser 53
Klinische Chemie, Bestimmung der Mucoproteide 240
Knochen, Bestimmung von Fluor 456
Knochenmark, Bestimmung des nicht an Hämoglobin gebundenen Eisens 156
Kobalt, Rhodanokomplex 27; Mikrobestimmung 441; Ultramikrobestimmung 289; Papierchromatographische Abtrennung 123; elektrophoretische Untersuchung 410; Bestimmung mit Eriochromblau S. E. als Indicator 341; Bestimmung in Brennstoffaschen 47; in Kobaltnaphthenaten 56; im Harn 156; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Nachweis von Cadmium neben Kobalt 29.
Kobalt(II)-malonat, Komplexe mit organischen Basen 441
Kobaltnaphthenate, Bestimmung von Kobalt 56
Ködergifte für Nagetiere, Trennung 452
Körperausscheidungen, Nachweis von Schlafmitteln 78
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Sialinsäuren 463; von Amylase 463
Kohle, Bestimmung von Bor 45; von Schwefel 45; Chinoncharakter der Oxydationsprodukte bituminöser Kohle 45
Kohlendioxyd, Bestimmung in Gasen 146; Bestimmung von Argon neben Kohlendioxyd 373
Kohlenhydratchemie, Verwendung der Formazanreaktion 445
Kohlenhydrate, Nachweis kleinster Mengen 214; Bestimmung als Osazone in Kollagen, Prokollagen und Gerbstoffglucosiden 455
Kohlenoxyd, Analyse und Dosierung vorgegebener Kohlenoxydmengen bei der Infrarotspektroskopie 284; Bestimmung von Argon neben Kohlenmonoxyd 373
Kohlenstoff, Bestimmung in Titan und Zirkonium 148; Verwendung von Silberdichromat bei der Bestimmung durch Verbrennung 21; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 384; 385; Bestimmung in alkali- und erdalkalihaltigen organischen Verbindungen 386; in organischen Borverbindungen 386; Mikro- und Halbmikrobestimmung in fluorhaltigen organischen Substanzen 202
Kohlenstoff-14, Messung in wäßrigem Medium 127
Kohlenstoff-14 enthaltendes Methyljodid, zur Konstitutionsaufklärung von Polysacchariden 39
Kohlenwasserstoffe, Bestimmung von Doppelbindungen in aliphatischen Kohlenwasserstoffen 206; Bestimmung der Aromaten 49; Bestimmung aromatischer Kohlenwasserstoffe in der Luft 390; Nachweis vielkerniger Kohlenwasserstoffe in Luft und Industrieabgasen 391; Bestimmung in Rosenöl 227; polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe in Austern 56; siehe auch aromatische Kohlenwasserstoffe
Kohlenwasserstoffgemische, Analyse durch Gaschromatographie 291
Kokereiprodukte, Bestimmung von Bor 45
Kokosnußöl, Bestimmung in anderen Ölen 220
Koks, Bestimmung von Schwefel 45, 389
Kollagen, Bestimmung von Kohlenhydraten 455
Kontakte mit organischen Verunreinigungen, Bestimmung von Schwefel 389
Korksäure, R_f-Wert 212, 286
Kresole, Mikrobestimmung 216
Kunststoff-, Lack- und Gummianalyse, chemische und infrarotspektroskopische Methoden (Hummel) 389 (L)
Kupfer, Abscheidungsspannung 126; Reaktion mit 2-Mercaptochinolin 183; mit Chromotropsäure 413; Nachweis 183, 184; mikroanalytischer Nachweis 362; Bestimmung 128, 186; gravimetrische Bestimmung 373; Ultramikrobestimmung 289; flammenphotometrische Bestimmung 187; papierchromatographische Abtrennung 123; R_f-Werte verschiedener Salze 286; elektrochromatographische Wanderung 90; elektrophoretische Untersuchung 410; Bestimmung mit 2-Mercaptochinolin 182; mit Eriochromblau S. E. als Indicator 341; als Kupfer(II)-aminoacetat 197; Trennung von Nickel an Kationenaustauschern 442; Bestimmung in Seewasser 298; in Aluminium 146; in Weißmetallen 301; in Brennstoffaschen 47; in technischem Natriumhydroxyd 150; im imprägnierten Baumwolltuch 154

Kupfer(II)-aminoacetat bei der Bestimmung von Kupfer 197
Kupferbromid, R_f-Wert 286
Kupfergruppe, Trennung der Elemente der Kupfer- und Arsengruppe 366
Kupferhalogenide, Hochspannungselektrophorese 287
Kupfernaphthenat, Bestimmung in Baumwolle 154
Kupferoxinat, Bestimmung in Baumwolle 154
Kupferphthalocyanin-tetrasulfonsäure als Redoxindicator 1, 263, 266
Kupfersalze, Bandenemission und Eigenschaften 283

Lacke, Nachweis von Oiticicaöl 449; Nachweis und Bestimmung von o-Phthalsäuren und Bernsteinsäure 50
Lackmus, Bestimmung des aktiven Farbstoffs im Handelslackmus 154
Lactone, papierchromatographische Abtrennung 211
Lagermetalle, Bestimmung von Blei 300
Lambert-Beersches Gesetz, Erfüllungsbedingungen 273, 330
Lanthan, Bestimmung 129; Ultramikrobestimmung 290; R_f-Werte verschiedener Salze 286
Lebensmittel, Bestimmung von Wasser 221; Nachweis einiger Antiseptica 222
Legierungen, Bestimmung von Blei 300
Leitungswasser, Bestimmung von Calcium und Alkalimetallen 144
Lemongrasöl, Bestimmung von Citral 58
Leucin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
D,L-Leucin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Linolensäure, Bestimmung durch Bromaddition 211
Linolsäure, Bestimmung durch Bromaddition 211
Lipopolysaccharide, Bestimmung von Abequose und Tyvelose nach Hydrolyse 67
Lipoprotein-Cholesterin, Bestimmung von Alpha- und Beta-Lipoprotein-Cholesterin 71
Lithium, Mischungsverhältnis der Isotopen ^{7}Li und ^{6}Li 373; photometrische und konduktometrische Titration 111; Bestimmung in natürlichem Wasser 392
Lithiumchlorid, R_f-Wert 286
Lithiumcitrat, R_f-Wert 286
Löß, Bestimmung von Strontium 259
Lösungen, Polarisationskurven 289
Lösungsmittel, Titration von Salzen in differenzierenden Lösungsmitteln 129; Apparatur zum Abdampfen flüchtiger Lösungsmittel 371; Einfluß auf die flammenphotometrische Kupferbestimmung 189
Luft, Bestimmung von aromatischen Kohlenwasserstoffen 390; Nachweismethode vielkerniger Kohlenwasserstoffe 391
Luminal, R_f-Wert 78
Lutidine, Nachweis und Bestimmung 43, 296
Luzerne, Bestimmung von Strontium 261
Lysin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311
L-Lysin, Infratspektren von Derivaten 68
Lysolecithin, Isolierung aus menschlichem Serum 458
Lyxose, Nachweis 214

Mageninhalt, Identifizierung von Barbituraten 239
Magermilchpulver, Bestimmung von Milchsäure 220
Magnesiamergel, Bestimmung von Strontium 259
Magnesit, Bestimmung von Magnesium 374; von Calcium und Magnesium 134
Magnesium, Bestimmung 128; flammenphotometrische Bestimmung von 1 bis 6 μg Mg 374; chromatographische Abtrennung 134; R_f-Werte verschiedener Salze 286; Bestimmung mit Eriochromblau S. E. als Indicator 341; Bestimmung in natürlichem Wasser 392; in Kalkstein und Magnesit 374; in Hochofenschlacke 396; in Brennstoffaschen 46; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Bestimmung von Calcium neben Magnesium 134; von Strontium neben Magnesium 252
Magnesiumcarbonat, Bestimmung im Boden 151
Maiskeime, Bestimmung von Wasser 53
Maleinsäure, Bestimmung neben Maleinsäureanhydrid 427
Maleinsäureanhydrid, Bestimmung neben Maleinsäure 427; Bestimmung in Polyesterharzen 153
Malonsäure, R_f-Wert 212
Maltoselösungen, Nachweis kleiner Glucosemengen 53
Maneb, Bestimmung der Rückstände 400

Mangan, Bestimmung 376; Titration 353; elektrophoretische Untersuchung 410; potentiometrische Bestimmung 81; polarographische Bestimmung als Triäthanolaminkomplex 142; Bestimmung mit Eriochromblau S. E. als Indicator 341; Bestimmung in Aluminium 146; in Hochofenschlacke 396; in Brennstoffaschen 47; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Nachweis von Cadmium neben Mangan 29
Maskierungsmittel, Verwendung von Äthylendiamintetraessigsäure 130
Maßanalyse, Methoden der Mikromaßanalyse (Mika) 120 (L)
Maus, Bestimmung der Blutkatalase 320
Meclizin, nichtwäßrige Titration 236
Medizinisches Material, Bestimmung von Schwefel 389
Medomin, R_f-Wert 78
Meerrettich, Trennung von sauren Phosphomonoesterasen und Peroxydasen 317
Meerschweinchen, Bestimmung der Blutkatalase 320
Melilotin, Abtrennung 295
Menschen, Bestimmung der Blutkatalase 320
Meperidin, Bestimmung kleiner Mengen 234
Merbromin, Bestimmung von Quecksilber 227
Mercaptane, chromatographische Untersuchung homologer Reihen 284
Mercaptobenzthiazol, Tüpfelnachweis 443
2-Mercaptochinolin als analytisches Reagens 182
Mercaptoverbindungen, Tüpfelnachweis 443
Mercurimetrie, Verwendung von Redoxindicatoren 368
Mesoinosit, biologische Bestimmung 460
Messing, flammenphotometrische Bestimmung von Kupfer 195
Metallchelatverbindungen, Chemie (Martell, Calvin) 120 (L)
Metalle, Schmelzpunktsbestimmung 370; Analyse von sehr verdünnten Lösungen 290; Bestimmung von Titan 303
Metallfällungen mit verschiedenen Arsinsäuren 130
Metallionen, Abhängigkeit der Beweglichkeit von der Konzentration 288; Verteilung von Ionen verschiedener Wertigkeit auf einer Austauschersäule 362; Abscheidungspotentiale in Kaliumcyanidlösungen 126
Metallische Ausscheidungen, spektrographische Untersuchung 361
Metallkomplexe, Papierchromatographie 286; Zusammenhang zwischen Stabilitätskonstanten und R_M-Werten 285
Metallkundliche Untersuchungen, Handhabung von Mikrogrammengen 299
Metallorganische Verbindungen, Bestimmung von Schwefel 389
Metavanadat, Abtrennung 363
Methanol, Bestimmung mit Chromotropsäure 13; Abtrennung aus Obstbranntwein 219; Bestimmung in Branntwein 218; in Äthanol und Obstbranntwein 219; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190
Methionin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
D,L-Methionin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Methoden der Mikromaßanalyse, (Mika) 120 [L]
Methoxyneuraminsäure, bei der Isolierung von Neuraminsäure 316
Methyläthylketon, Einfluß von Alkali auf die Jodoformreaktion 210
2-Methyl-5-äthyl-pyridin, Infrarotabsorption 43
Methylamine, Bestimmung in Urotropin neben Ammoniak 208
Methyl-n-amyldithiolester der Sebacinsäure, Röntgen-Pulverdiagramm 214
p-Methylbenzalsemicarbazon, Bestimmung 210
α-Methylbuttersäure, R_f-Wert 212
Methylcarbitol, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
β-Methylcrotonsäure, R_f-Wert 212
Methylcumarin, Abtrennung 295
Methylcyclohexene, Trennung 295
Methylencyclohexan, Abtrennung 295
Methylester zur massenspektrometrischen Analyse von Fettsäuremischungen 211
α-Methylglutarsäure, R_f-Wert 212
Methyl-Δ^5-3β-hydroxyätiocholansäure Tüpfelprobe 72
Methyljodid, tritium- oder ^{14}C-haltiges Methyljodid zur Konstitutionsaufklärung von Polysacchariden 39
1-Methyl-2-mercaptoimidazol, Bestimmung 63
1-Methyl-4-(m-oxyphenyl)-piperidin-4-äthylketon-hydrochlorid, Nachweis 79
4-Methyl-2-pentene, Infrarotspektra 206

Methylphenylarsinsäuren, Fällungseigenschaften der Isomeren 365
1-Methyl-4-phenylpiperidin-4-carbonsäure-äthylester, Nachweis 79
Methylpyridine, Infrarotabsorption 43
Methylrot, R_f-Wert 286
α-Methylstyroloxyd, Bestimmung 42
Methyltestosteron, colorimetrische Bestimmung 72; Untersuchung 230
5-Methyl-2-thiohydantoin, Infrarotspektrum 68
Metol, Titration mit Cer(IV)-sulfatlösung 263
Metothyrin, Bestimmung 63
Mikroanalyse, Verwendung von Dithizon (Iwantscheff) 282 [L]
Mikrodestillationsmethode zur Untersuchung von Flüssigkeitsgemischen 321
Mikromaßanalyse, Methoden (Mika) 120 [L]
Milchkannen, Bestimmung der Wirksamkeit eines Reinigungsmittels 154
Milchsäure, Abtrennung 213; Bestimmung in Magermilchpulver 220
Mineralien, Bestimmung von Strontium 393
Mineralwasser, Bestimmung von Calcium und Alkalimetallen 144
Mischfuttermittel, Bestimmung von Gossypol 453
Modiscop, Untersuchung 236
Molybdän, Titration 367; Bestimmung mit 5,7-Dibrom-8-hydroxychinolin 437
Molybdän(V), oxydimetrische Bestimmung 1
Molybdän(VI), Rhodanokomplex 27
Molybdat, Reaktion mit Chromotropsäure 413; Bestimmung 104; Abtrennung 363
Monelmetall, flammenphotometrische Bestimmung von Kupfer 195
Monochloracetate, R_f-Werte 286
Monomethylammoniumbromid, Nachweis 130
Monomethylolharnstoff, Bestimmung in Harnstoffkondensationsprodukten 53
Mononitrobenzoesäure, Abtrennung 124
Mononitrothiophen, Bestimmung in Nitrobenzol 448
Mononitroverbindungen, volumetrische Bestimmung 216
Monophosphat, Abtrennung 363
Morphin, Bestimmung 80; R_f-Wert 65; R_f-Wert und Farbreaktion 315; Bestimmung in Opium 64; in Opium und galenischen Präparaten 65; Isolierung aus biologischem Material 464; Bestimmung von Scopolamin neben Morphin 236
Morphinderivate, Untersuchung in forensisch-toxikologischen Fällen 80
Mucoproteide, Bestimmung in der klinischen Chemie 240

Nährböden, Bestimmung reduzierender Stoffe in bakteriologischen Nährböden 158
Nagetiere, Nachweis und Trennung der Ködergifte 452
Naphazolin, Bestimmung 233
Naphthole, fluorimetrische Bestimmung von α- und β-Naphtholen 446
Naphthylamin, Nachweis 294; Identifizierung 294
Naphthylarsinsäuren, zur Fällung von Metallen 130
1-(1-Naphthyl)-2-thioharnstoff, Nachweis 452
Narcein, Bestimmung 64; R_f-Wert 65
Narcotin, Bestimmung 64; R_f-Wert 65
Nasentropfen, Bestimmung von Imidazolin 233
Natrium, Bestimmung als Tripelsalz 373; Bestimmung in Brennstoffaschen 46; in biologischen Flüssigkeiten 155; in Blutserum 455; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193
Natriumacetat, Titration in wasserfreiem Medium 291
Natrium-alizarinsulfonat, zur Bestimmung von Titan in Metallen 303
Natrium-p-aminosalicylat, zur Bestimmung von Kupfer 373
Natriumbromid, Titration 130
Natriumcarbonat, Bestimmung im Boden 151; in Seifenpulfern 54
Natriumchlorid, R_f-Wert 286
Natriumcitrat, R_f-Wert 286
Natrium-diäthyldithiocarbaminatlösung, zur Bestimmung von Zinn in Eisen und Stahl 303
Natriumhydrogencarbonat, Bestimmung in Seifenpulvern 54
Natriumhydroxyd, Bestimmung von Kupfer 150
Natriumphosphate, Bestimmung von Phosphor in kondensierten Natriumphosphaten 423
Natriumsulfit, Titration mit Jodmonochlorid 339
Natriumuranylacetat bei der Bestimmung des Natriums 373
Nebennieren, Nachweis von Adrenalin und Noradrenalin 158

Neuraminsäure, Isolierung als Methoxyneuraminsäure 316
Neurospora crassa zur mikrobiologischen Bestimmung von Mesoinosit 460
Nickel, Bestimmung 129; Ultramikrobestimmung 289; Bestimmung mit Oxalendiamiddioxim 441; mit Eriochromblau S. E. als Indicator 341; papierchromatographische Abtrennung 123; elektrophoretische Untersuchung 410; Trennung von Kupfer an Kationenaustauschern 442; Bestimmung neben Nickeloxyd 393; Bestimmung in Chrom und Vanadium 306; in Brennstoffaschen 47; in Vernickelungsbädern 395; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Nachweis von Cadmium neben Nickel 29; Bestimmung von Chrom 306
Nickellegierungen für Oxydkathoden, Analyse 161
Nickeloxyd, Bestimmung von Nickel neben Nickeloxyd 393
Nickelsulfat, Bestimmung von Zink 150
Nicotin, R_f-Wert und Farbreaktion 315
Nicotinamid, Nachweis 296; Bestimmung neben Nicotinsäure 64
Nicotinsäure, Nachweis 296; Bestimmung von Nicotinamid neben Nicotinsäure 64
Nicotinsäurebenzylester, Nachweis 296
Nicotinsäurehydrazid, Nachweis 296
Nicotinsäuremethylester, Nachweis 296
Niob, Abtrennung 139; Bestimmung von Sauerstoff 302
Niobat, Reaktion mit Chromotropsäure 413
Nitraminsprengstoffe, Nachweis von Nitrat 400
Nitranilin, polarographische Untersuchung von Mischungen 124
o-Nitranilin, Bestimmung 216
Nitrat, Abtrennung 363; Bestimmung in Seewasser 298; Nachweis in organischen Nitrat- und Nitraminsprengstoffen 400
Nitrate, Bestimmung neben Nitriten 138; Bestimmung in Erdalkalicarbonatgemischen 394
Nitratsprengstoffe, Nachweis von Nitrat 400
Nitrit, Abtrennung 363
Nitrite, Bestimmung neben Nitraten 138
6-Nitro-2-aminonaphthalin-8-sulfonsäure zum Nachweis von Zinn 136
8-Nitro-2-aminonaphthalin-6-sulfonsäure zum fluorimetrischen Nachweis von Zinn 136
Nitrobenzol, Bestimmung von Mononitrothiophen und Dinitrothiophen 448
Nitrodiphenylamin zum Nachweis von Nitrat in Sprengstoffen 400
2-Nitrodiphenylamin, Bestimmung in Sprengstoffen 51; Bestimmung von Phthalatester in Gegenwart von 2-Nitro-diphenylamin 51
Nitroglycerin, Nachweis 38; Bestimmung von Phthalatester in Gegenwart von Nitroglycerin 51
Nitrohydroxylaminsäure, Bestimmung des Anions 383
1-(p-Nitro-o-hydroxyphenylazo)-2-naphthol als Indicator 368
4-(p-Nitro-o-hydroxyphenylazo)resorcin, Indicator 368
Nitromersol, Bestimmung von Quecksilber 227
o-Nitrophenol, Bestimmung 216
3-o-Nitrophenyl-2-thiohydantoine, von Aninosäuren, Infrarotspektren 68
4-Nitrosalicylsäure, Bestimmung 216
Nitrosamine, Tüpfelnachweise aromatischer p-Nitrosamine 443
p-Nitrosodiäthylanilin, Tüpfelnachweis 443
p-Nitrosodimethylanilin, Verwendung in der Mikroanalyse 443; Tüpfelnachweis 443
p-Nitrosodiphenylamin, Tüpfelnachweis 443
1-Nitroso-2-hydroxy-3-naphthoesäure, Reagens auf Zirkonium und Thorium 137; auf Uran 403
1,2-Nitrosonaphthol zum Nachweis von p-Hydroxyphenylalkylaminen 41
o-nitrosubstituierte Derivate von Aminosäuren, Infrarotabsorption 67
Nitrosylbromid, Reaktion mit primären Aminogruppen 208
p-Nitrotoluol, Abtrennung 124
Nitrotoluole, Identifizierung der isomeren Nitrotoluole 41
Noctal, R_f-Wert 78
Noradrenalin, Abtrennung 59; Nachweis in Nebennieren 158
Nordphosphat, Bestimmung von Bor 242
Novobiocin, Bestimmung 62
Nucleinsäuren, Bestimmung in Bluteiweißkörpern 160

Obstbranntwein, Bestimmung und Abtrennung von Methanol 219
Obstbrei, Untersuchung auf Sorbit 214
1-Octen, Infrarotspektrum 206
Öle, Verfälschung von Speiseölen mit anderen Ölen 219; Bewertung der

Farben pflanzlicher Öle 449; Bestimmung des ätherischen Öles von Rosa Damascena 227
Ölsamenmehl, Bestimmung von Stickstoff in Smalley-Ölsamenmehl 450
Önanthsäure, R_f-Wert 212
Oestradiolbenzoat, Untersuchung 230
Oestrogene, Tüpfelprobe 72
Oiticicaöl, Nachweis in Farben und Lacken 449
Olivenöl, Verfälschung durch andere Öle 219
Opiate, Bestimmung 57
Opium, Bestimmung von Morphin 64, 65
Opiumalkaloide, Reinheitsprüfung 64
Organische Basen, Bestimmung der Tetraphenyloborate 369
Organische Reagentien in der anorganischen Analyse 349, 403
Organische Säuren, Fließmittel in der Papierchromatographie 287; Bestimmung von Tral neben Salzen organischer Säuren 228
Organisches Material, nasse Veraschung mit Perchlorsäure 201
Organische Stickstoffverbindungen, Isolierung und Charakterisierung 293
Organische Substanzen, Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 384; von C, H und N in organischen Borverbindungen 386; von C und H in fluororganischer Substanzen 202, 385; von Phosphor 386; von Phosphor in fluorhaltigen, organischen Verbindungen 203; von Schwefel 387, 388, 389; von Chlor und Brom 205. — Einteilung in Gruppen 205; Nachweis kleinster Mengen 214; Ultramikroanalyse verbrennlicher Stoffe 291; Nachweis von heterosubstituierten aromatischen Verbindungen 42
Organteile, Nachweis von Schlafmitteln 78
Orthophosphat, Identifizierung 432; Abtrennung 462
Osmium, Gravimetrische Bestimmung 142; elektrophoretische Untersuchung 410
Osmiumtetroxyd, Katalysator bei der Bestimmung von Schwefelverbindungen mit Hexacyanoferrat(III) 435
Otrivin, Bestimmung 233
Oxalendiamiddioxim, zur Bestimmung von Nickel 441
Oxalsäure, papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 213; R_f-Wert 212; Abtrennung 213; komplexometrische Bestimmung der Ester und Esterchloride 212
17-Oxosteroide, Bestimmung 73
Oxydationsprodukte bituminöser Kohle, Chinoncharakter 45
Oxydkathoden, Analyse der Nickellegierungen 161
Ozonide, Bestimmung 292

Palladium, oscillopolarographisches Verhalten 133; Jodokomplex 27; Reaktion mit 2-Mercapto-chinolin 183; Nachweis neben anderen Metallen 184; Bestimmung 143, 184, 442; mit 2-Mercapto-chinolin 182; elektrophoretische Untersuchung 410; Abtrennung von Platin 442
Palladiumelektroden in der Potentiometrie 126
Palmkernöl, Bestimmung in anderen Ölen 220
PAN, Indicator bei Fällungstitrationen 345
Papaverin, R_f-Wert 65; Bestimmung in Tabletten 63
Papierchromatogramme, Lokalisierung von Flecken 123
Papierchromatographie, zweidimensionale Chromatographie auf rotierenden Scheiben 122; Austauschvermögen verschiedener Liganden in der Papierchromatographie 286; Beziehung der R_f-Werte und Dielektrizitätskonstanten 286; Analyse von Metallkomplexen 286; Verwendung in der Arzneimittelprüfung 57; Anordnung zur Analyse von Chlorophyllderivaten 285
Papierelektrophorese, Übersicht 287; Abhängigkeit der Beweglichkeit des Metallions von der Konzentration 288; Anwendung in der ärztlichen Diagnostik 364
PAR, Indicator bei Fällungstitrationen 345
Paraffin, Trennung von Cycloparaffin 48
Parathion, Bestimmung in Wasser 299
Patentblau V, Indicator in der Mercurimetrie 368
Pech, Bestimmung von Bor 45
Penicillin, Tüpfelnachweis 443; Bestimmung 57
Penicillin-Benzatin, Bestimmung von Benzatin 62
Pentobarbital, Bestimmung in Tabletten 63
Perchlorsäure zur nassen Veraschung von organischem Material 201
Perjodat, Titration 367; Abtrennung 363
Permanganat, mikroanalytischer Nachweis 362; Titration 367; ascorbinometrische Bestimmung 6

Peroxydase, Abtrennung aus Meerrettich 317
Peroxyde, Analyse organischer Peroxyde 292; Bestimmung des aktiven Sauerstoffs in benzollöslichen Peroxyden 292
Peroxydgruppe, Bestimmung 292
Peroxydisulfat, Untersuchung 436; papierchromatographische Abtrennung 286; Abtrennung 363
Perrhenat, Abtrennung 363
Persäuren, Bestimmung 292
Persedon, R_f-Wert 78
Persulfat, siehe Peroxydisulfat
Pertechnetat, Abtrennung 363
Pervitin, R_f-Wert und Farbreaktion 316
Petasin, Konstitutionsaufklärung 57
Petroleum, Bestimmung aliphatischer Sulfide 48
Petroleumdestillate, Anreicherung der Schwefelverbindungen 50
Pflanzen, Bestimmung von Inosit in Jungpflanzen 399
Pflanzenaschen, Bestimmung von Strontium neben anderen Metallen 252
Pflanzenmaterial, Bestimmung von Triphenylzinnacetat 429; von Shikimisäure 399; Nachweis von Strychnin 67
Pflanzensäfte, Bestimmung von Glutamin und Asparagin 398
Pflanzenschleime, Untersuchung 232
Pflanzenteile, Bestimmung von Schwefel 389
Pflanzenwachstumsregulatoren, Bestimmung verschiedener Pflanzenwachstumsregulatoren 452
Pflanzliche Öle, Bewertung der Farben 449
Pharmazeutica, Bestimmung von Cer 58; von Pyridoxin 234; Nachweis von Strychnin 67; Bestimmung von Cortisonsteroiden 73; Bestimmung von Äthinyloestradiol 231
Phenol, Mikrobestimmung 216
Phenoxyessigsäure, Bestimmung neben Phenoxymethylpenicillin 233
Phenoxymethylpenicillin, Bestimmung von Phenoxyessigsäure 233
1-Phenyläthylperoxyd, Bestimmung 292
Phenylalanin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
D,L-Phenylalanin, Infrarotspektren von Derivaten 68
N-(Phenyl-p-azophenyl)-thiocarbaminate von Aminosäuren, Infrarotspektren 68
3-(Phenyl-p-azophenyl)-2-thiohydantoine, Infrarotspektren 68
2-Phenylbenzthiazol, zur Bestimmung von Osmium 143
2-Phenyl-2-butylperoxyd, Bestimmung 292
Phenylendiamin, Nachweis 294
Phenylglycin-o-carbonsäure zur Bestimmung von Uran 349
Phenylpropylperoxyde, Bestimmung 292
Phenylquecksilberchlorid, Bestimmung von Quecksilber 227
3-Phenyl-2-thiohydantoine von Aminosäuren, Bestimmung von Infrarot-Absorptionsspektren von Derivaten 67
Phloroglucinderivate, papierchromatographische Trennung in der Wurzel des Wurmfarnes 228
Phosphate, Identifizierung von wasserlöslichen anorganischen Phosphaten 432; Bestimmung in Rohphosphat und Düngemitteln 152; Bestimmung von Eisen 395
Phosphatgesteine, Bestimmung von Calcium 150
Phospholipoide, papierchromatographische Trennung 457
Phosphomonoesterase, Abtrennung aus Meerrettich 317
Phosphor, Bestimmung in kondensierten Natriumphosphaten 423; in organischen Verbindungen 386; in fluorhaltigen organischen Verbindungen 203; in Futtermitteln und Fischmehlen 453; Einfluß auf die Calciumemission in der Flamme 91
Phosphorhalogenide, Bestimmung kleiner Mengen 447
Phosphorsäure, Bestimmung von Eisen 395
Phosphorsäureester von Zuckern, papierchromatographische Trennung 215
Photometrie, Prüfung der Ergebnisse von Eichmessungen 273; Auswertung von Eichmessungen 330
Phthalatester, Bestimmung in Sprengstoffen 51
Phthaleinkomplexon, als Indicator 376
Phthalocyanine als Oxydation-Reduktionsindicatoren 1, 263, 266
o-Phthalsäure, Nachweis und Bestimmung in Lacken 50
Physik, (Gerthsen) 121 [L]
α-Picolin, Nachweis 296; Bestimmung 43
Pikrinsäure, Bestimmung 216; R_f-Wert 286

Pilocarpin, elektrochromatographische Bestimmung 66
Pinanperoxyd, Bestimmung 292
α-Pinenoxyd, Bestimmung 42
Pipecoline, Identifizierung 293
Piperazine, Titration 1,4-disubstituierter Piperazine 236; Bestimmung in Futtermitteln für Geflügel 235
Piperazinsalze, Bestimmung 235
Piperidin, Identifizierung 293
Piperonal, Bestimmung 294
Pival, Nachweis 452
2-Pivalyl-1,3-indandion, Nachweis 452
Plasma, Bestimmung von Zucker 460; von Prothrombin 314; der Amylase 464
Plasmaprothrombin, Bestimmung 314
Platin, Rhodanokomplex 27; oscillopolarographisches Verhalten 133; Reaktion mit 2-Mercapto-chinolin 183; Bestimmung 143; elektrophoretische Untersuchung 410; Trennung von Pd, Rh und Ir 442
Platinelektroden, in der Potentiometrie 126
Patinmetalle, oscillopolarographisches Verhalten 133; Abtrennung und Bestimmung 142
Plutonium, Analytik 380
Plutonium(IV), Bestimmung mit 2-Thenoyltrifluoraceton 380
Polamidon, Nachweis 79; R_f-Wert und Farbreaktion 316
Polarogramme, quantitative Auswertung 124
Polarograph, Tintenschreiberpolarograph 364
Polarographie, potentiometrische Polarographie 125; Anwendung in strömenden Flüssigkeiten und Gasen 125; Differenzialpolarographie mit elektronischem Schalter 125; neuer Tintenschreiberpolarograph 364; Meßgefäße aus Polymethylmethacrylat 125
Poloniumisotope, Darstellung und Abtrennung 140
Polyäthylenglykol, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Polyäthylengruppen, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Polyalkylenoxyde, Nachweisbarkeit mit Natriumtetraphenyloborat 38
Polyesterharze, Bestimmung von Maleinsäureanhydrid 153
Polyglykoläther, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Polyglykolester, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Polypropylenglykol, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Polysaccharide, Konstitutionsaufklärung mit Tritium und Kohlenstoff-14 enthaltendem Methyljodid 39
Polythionate, Untersuchung 436
Polytrifluorchloräthylen, thermische und chemische Beständigkeit 153
Potentiometrie, potentiometrische Polarographie 125; Endpunktsbestimmungen 169; von Gold-, Platin- und Palladiumelektroden 126
Priscolin, Bestimmung 233
Privin, Bestimmung 233
Produktionsrückstände, Bestimmung von Schwefel 389
Progesteron, Untersuchung 230; colorimetrische Bestimmung 72
Prokollagen, Bestimmung in Kohlenhydraten 455
Prolin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
L-Prolin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Propanole, Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190
Propionsäure, Lösungsmittel in der Alkalimetrie 290; R_f-Wert 212, 286
Propylenglykol, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Proteine, Färbemethoden bei Serumproteinbestimmung in Gegenwart von Fettemulsionen 312; papierelektrophoretische Trennung von Serumproteinen 312; Bestimmung löslicher Proteine im Rattenhirn 157; Bestimmung im Serum 157; Bestimmung von Tryptophan und Tyrosin 310; von Cystein durch Hydrazinolyse 308
Proteingebundenes Jod, Bestimmung 457
Proteinhydrolysate, Verbesserung der Totalanalyse 311; Bestimmung von Tyrosin 309
Prothrombin, Bestimmung im Blut 314; im Plasma 314
Protolyte, Analyse von Säuren, die keine Protolyte sind 290
Pülpen, Bestimmung von Wasser 53
Puffergemische, Polarisationskurven 289
Puffertitration in der Potentiometrie 177
Purpurin-18a-monomethylester, papierchromatographische Abtrennung 285
Putrescin, analytische Daten 75
Pyramidon und Kaliumjodid zur Bestimmung von Wismut 433

Pyren, Nachweis in Luft und Industrieabgasen 391; Bestimmung in Austern 56
Pyridin, Komplexe mit Kobaltmalonat 441; Nachweis 296; Titration in wasserfreiem Medium 291; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 190
Pyridinbasen, UV-spektralphotometrische Bestimmung kleiner Mengen 43
Pyridincarbonsäuren, polarographische Bestimmung der Aldehyde 446
Pyridinderivate, Nachweis 296
Pyridoxin, Bestimmung in Pharmaceuticis 234
1-(2-Pyridylazo-)-2-naphthol, Indicator bei der Endpunktsbestimmung bei Fällungstitrationen 345
Pyridyl-(2-azo-4-)-resorcin, Indicator bei Fällungstitrationen 345
5-Pyrimidyl-disulfide, Polarographischer Nachweis der Disulfidbindung 44
Pyrophosphat, Identifizierung 432; Abtrennung 462
Pyrosulfat, papierchromatographische Abtrennung 286
Pyrosulfit, Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 435; papierchromatographische Abtrennung 286

Quantitative Arzneimittelanalyse (Hrdý, Jindra, Jung, Šlouf, Zýka) 56 [L]
Quecksilber, Abscheidungsspannung 126; Jodokomplex und Rhodanokomplex 27; Reaktion mit 2-Mercaptochinolin 183; mit Chromotropsäure 413; Mitfällung mit Anthranilsäure 375; Bestimmung 368; Ultramikrobestimmung 290; Bestimmung als Strychnin·HgJ_3 226; elektrophoretische Untersuchung 410; elektrophoretische Abtrennung 363; Bestimmung in Katalysatoren zur Erzeugung von Vinylchlorid 152; in pharmazeutischen Zubereitungen 227
Quecksilberhalogenide, Hochspannungselektrophorese 287
Quecksilber(II)-jodid, Bestimmung von Quecksilber 227
Quecksilber(II)-nitrat zur Rücktitration im alkalischen Medium 81
Quecksilber(II)-oxyd, Bestimmung von Quecksilber 227
Quecksilber(II)-sulfid, Nachweis 377
Quecksilbertropfelektrode, elektronischer Schalter für die Differentialpolarographie 125

Radioaktive Substanzen, analytisches Arbeiten 288; Analyse und Herstellung 127
Radioisotope der Seltenen Erden, chromatographische Trennung 379
Radiumchlorid, R_f-Wert 286
Radix Ipecacuanhae, Untersuchung 57
Rapsöl, Bestimmung in anderen Ölen 220
Ratten, Bestimmung löslicher Proteine im Hirn 157; des im Harn ausgeschiedenen Kobalts 156; der Blutkatalase 320
Reagentien, Verwendung verdünnter Reagentien in der qualitativen Analyse 365
Redoxindicatoren für mercurimetrische Titrationen 368
Reduzierende Stoffe, photometrische Bestimmung 158
Reibsel, Bestimmung von Wasser 53
Reinigungsmittel, für metallische Milchkannen, Bestimmung der Wirksamkeit 154
Rendzina, Bestimmung von Strontium 259
Resacetophenon, Reagens zur Bestimmung von Bor 135
Reserpin, Reinheitsprüfung 58; Bestimmung 236
Reyon, Bestimmung von Schwefel und Schwefelverbindungen 450
R_f-Werte, Beziehungen zwischen R_f-Werten und Dielektrizitätskonstanten in der Papierchromatographie 286
Rhizoma Filicis, Untersuchung 57
Rhizoma Tormentillae, papierchromatographische Untersuchung galenischer Zubereitungen 229
Rhodamin B zur Bestimmung von Thallium 381
Rhodanid zur Bestimmung von Technetium 439; mikroanalytischer Nachweis 362; Abtrennung 363
Rhodanidionen, Bestimmung 401
Rhodium, Jodokomplex und Rhodanokomplex 27; oscillopolarographisches Verhalten 133; Bestimmung 143, 442; Abtrennung von Platin 442
Rhodochlorindimethylester, chromatographische Abtrennung 285
Ribose, Nachweis 214
Ribulose, Nachweis 214
Röntgen-Beugungsinterferenzen einiger organischer Verbindungen 58
röntgen-fluorescenzspektroskopische Messungen, zufällige Störfehler 282
Rohbraunkohle, Bestimmung von Schwefel 389

Rohphosphate, colorimetrische Phosphatbestimmung 152
Rosa Damascena, Bestimmung des ätherischen Öles 227
Rosenöl, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 227
Rüböl, Bestimmung der Erucasäure 52
Ruß, Bestimmung von Schwefel 389
Ruthenium, Jodokomplex 27; Bestimmung 143

Säulenchromatographie, Anwendungsbereich 284
Säureamide, Bestimmung leicht verseifbarer Säureamide 212; siehe auch Carbonsäureamide
Säureanhydride, Bestimmung kleiner Mengen 447
Säuren, Analyse von Säuren, die keine Protolyte sind 290; Bestimmung der Dissoziationskonstanten zweibasischer Säuren 370; chromatographische Untersuchung homologer Reihen 284; Polarisationskurven von Lösungen schwacher Säuren 289; Bestimmung der Restsäure in Cellulosefasern 450
Saflorsamenöl, Bestimmung in anderen Ölen 220
Salben, Bestimmung von Capsaicin 229
Salicylaldehyd, zur Bestimmung von Vanadiumoxychlorid 434
Salicylamid, Bestimmung 212
Salicylsäure zur Bestimmung von Vanadiumoxychlorid 434; Nachweis in Lebensmitteln 222
Salpetersäure, Bestimmung von Arsen 432
Salze, potentiometrische Titration in differenzierenden Lösungsmitteln 129; organischer Säuren, Bestimmung von Tral 228
Salzgehalt, Bestimmung in Böden und Erzen 398
Salzgemische, argentometrische Titration 129
Sandoptal, R_f-Wert 78
Santonin, gravimetrische Bestimmung 60
Sauerstoff, Bestimmung des aktiven Sauerstoffs 292; Bestimmung in Fruchtsäften 217; von gelöstem Sauerstoff in Wasser nach Winkler 391; Bestimmung in Titan 149; in Titan und Titanlegierungen 148; in Bleimetall 147; in Niob 302
Schalen aus Hostaflon, thermische Beständigkeit 153
Schaumkraft, Bestimmung in Zahnpasten 237
Schlafmittel, Nachweis 77; Nachweis in Organteilen und Körperausscheidungen 78
Schmelzpunkt, Bestimmung bei anorganischen Stoffen 370
Schokoladeartikel, Erkennung von gehärteten Fetten 221
Schwefel, Mikrobestimmung in organischen Substanzen 387, 388, 389; Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes fester Brennstoffe 397; in Kohle und Koks 45; des Gesamtschwefels in Erdölprodukten 47; von elementarem Schwefel in Reyon 450; Bestimmung in Sulfiden, Sulfiten und Thiosulfaten 434
Schwefel-35, Messung im wäßrigen Medium 127
Schwefelsäure, papierchromatographische Untersuchung 436
Schwefelsäure-Wasserstoffperoxyd, Analyse des Systems 370
Schwefelverbindungen, Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 435; Thermodiffusion zur Trennung organischer Schwefelverbindungen 49; Anreicherung in Petroleumdestillaten 50; Bestimmung in Reyon 450
Schwefelwasserstoff, Anzeigegerät zur kontinuierlichen Bestimmung 391
Schwimmermethode zur Bestimmung der Dichteänderungen des Wassers für Isotopenanalysen 297
Scopolamin, Bestimmung 57; neben Morphin und Äthylmorphin 236
Scopolaminum hydrobromicum, Bestimmung 57
Sebacinsäure, R_f-Wert 212; Röntgen-Pulverdiagramme einiger n-Alkyldithiolester 214
Seconal, R_f-Wert 78
Seduheptulosan, Nachweis 214
Seewasser, siehe Wasser
Seifen, Bestimmung von Wasser 454
Seifenpulver, Bestimmung von Natriumcarbonat und Natriumhydrogencarbonat 54
Selen(IV), Titration 367
Selenige Säure, Titration 291
Selenit, Schnellbestimmung 437; Abtrennung 363
Seltene Erden, Trennung der Radioisotope 379
Semicarbazidhydrochlorid, Bestimmung 210
Serin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311
D,L-Serin, Infrarotspektren von Derivaten 68

Serpentin, Bestimmung 236
Serum, Bestimmung von Zucker 460; von Eiweiß 459; von Protein 157; Isolierung von Lysolecithin 458; Nachweis von Bilirubin 159; Abtrennung von Bilirubin 315; Bestimmung von Cholesterin 70; elektrophoretische Untersuchung bei Tumorträgern vor und nach der Bestrahlung 158; Bestimmung der Amylase 464; der Glutaminsäure-Oxalessigsäuretransaminase 318
Serumpapierelektrophorese, Anwendung in der ärztlichen Diagnostik 364
Serumprotein, Titration 157; papierelektrophoretische Trennung 312
Serumproteinbestimmung, Färbemethoden in Gegenwart von Fettemulsionen 312
Serum-Triglyceride, Mikrobestimmung 238
Setoglaucin O, Indicator in der Mercurimetrie 368
Setopalin, Indicator in der Mercurimetrie 368
Shikimisäure, Bestimmung 399
Sialinsäuren, Bestimmung 463
Silber, Reaktion mit 2-Mercaptochinolin 183; mit Chromotropsäure 413; Abscheidungsspannung 126; elektrophoretische Untersuchung 410; elektrophoretische Abtrennung 363; heterometrische Bestimmung 133
Silberdichromat als Katalysator der C-H-Verbrennungsanalyse 21, 202
Silbergruppe, papierelektrophoretische Trennung der Metalle 363
Silberhaltige Katalysatoren für die Verbrennungsanalyse 21, 202
Silbernitrat zur Titration von Sulfhydrylgruppen 209
Silicate, Bestimmung von Strontium 393
Silicatgesteine, Bestimmung von Calcium 150
Silicium, Bestimmung in Gußeisen als Molybdänblau 302
Sirup, Bestimmung von Wasser 53
Smalley-Ölsamenmehl, Bestimmung von Stickstoff 450
Sojabohnenöl, Bestimmung in anderen Ölen 220
Solanaceen-Alkaloide, Bestimmung 57
Somnifen, R_f-Wert 78
Sorbit, Bestimmung neben störenden Begleitsubstanzen 214
Sorbitsirup, Untersuchung auf Sorbit 214
Sorbose, Nachweis 214
Speiseöle, Verfälschung durch andere Öle 219
Spektralanalyse, Anwendung des Zugabeverfahrens 283; Untersuchung von Ausscheidungen mit der dynamischen Mikrovolumentechnik 361
Spezialvolldünger Höchst, Bestimmung von Bor 242
Spinat, Bestimmung von Strontium 261
Sprengstoffe, Bestimmung von 2-Nitrodiphenylamin 51; von Phthalatestern 51; von Dioctylphthalat 51
Spurenanalyse, Verwendung von Dithizon (Iwantscheff) 282 [L]
Spurenelemente, Bestimmung in natürlichen Wässern 392
Stabilitätskonstanten, Zusammenhang zwischen Stabilitätskonstanten und R_M-Werten von Metallkomplexen 285
Stärke, Bestimmung von Wasser 53
Stärkederivate, Bestimmung von Wasser 53
Stärkenebenprodukte, Bestimmung von Wasser 53
Stärkesorten, Bestimmung von Wasser 53
Stahl, Bestimmung von Zinn 303; von Titan 303; von Stickstoff in molybdänhaltigen Stählen 304; von kleinen Mengen Chrom 306; von Urandioxyd in Edelstahl 306
Stahlproben, Störfehler röntgen-fluorescenzspektroskopischer Messungen 282
Statistik in der chemischen Analyse 27, 330
Staubteilchen, Analyse 297
Stearinsäureester, Bestimmung von Hydroxyalkylengruppen 445
Steroide, Analyse und präparative Gewinnung 72; Tüpfelprobe mit p-Toluolsulfonsäure 72
C_{21}-Steroide, Tüpfelprobe 72
Steroidpräparate, Untersuchung durch IR-Spektrophotometrie 230
Stickstoff, Indophenolblaureaktion zur photometrischen Bestimmung 415; Bestimmung in molybdänhaltigen Stählen 304; in Smalley-Ölsamenmehl 450; in organischen Borverbindungen 386; Apparatur zur quantitativen Mikrobestimmung 203; Bestimmung von Argon neben Stickstoff 373; siehe auch Aminostickstoff
Stickstoffverbindungen, Isolierung und Charakterisierung der Disulfimide 293
Stigmasterin-Cholesterin-Gruppe, Tüpfelprobe 72
Stilben, Analyse eines Gemisches von cis- und trans-Stilben 284

Streptomycine, Bestimmung 57
Strontium, chromatographische Abtrennung 134; Bestimmung in Gegenwart anderer Metalle 252; Trennung von Calcium 375; Bestimmung in natürlichem Wasser 392; in Mineralien 393; in Silicatmaterialien 393
Strontium-90, Abtrennung von Yttrium-90 136
Strontiumchlorid, R_f-Wert 286
Strychnin, Mikronachweis 66; Isolierung aus biologischem Material 464
Strychnin · HgJ_3, zur Quecksilberbestimmung 226
Subtilin, elektrophoretische Untersuchung 223
Succinamid, Bestimmung 212
Sulfamerazin, Röntgen-Beugungsinterferenzen 58
Sulfamid, papierchromatographische Untersuchung 436
Sulfanilsäure, Diazoniumsalz als Reagens auf Histamin 74
Sulfapyridin, Röntgenbeugungsinterferenzen 58
Sulfat, flammenphotometrische Bestimmung 435; volumetrische Bestimmung 436; Untersuchung 436; Abtrennung 363; papierchromatographische Abtrennung 286; Bestimmung in Wasser 144; in Reyon 450
Sulfathiazol-Natrium, Röntgen-Beugungsinterferenzen 58
Sulfhydrylgruppen, Titration mit Silbernitrat 209
Sulfid, mikroanalytischer Nachweis 362; Bestimmung mit Hexacyanoferrat-(III) 435; Bestimmung des Gesamtschwefels 434; papierchromatographische Abtrennung 286; Bestimmung aliphatischer Sulfide in Petroleum 48; Bestimmung in Reyon 450
Sulfit, Tüpfelnachweis 139; Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 435; Bestimmung des Gesamtschwefels 434; Untersuchung 436; Abtrennung 363; papierchromatographische Abtrennung 286; Bestimmung in Reyon 450
o-Sulfobenzaldehyd, Isolierung für analytische Zwecke 366
Sulfogruppen, Bestimmung in Kationit Sulfokohle 47
2-(5-Sulfo-2-hydroxyphenylazo)-1,5-dihydroxynaphthalin, Indicator 368
1-(5-Sulfo-2-hydroxyphenylazo)-2-naphthol, Indicator 368
4-(5-Sulfo-2-hydroxyphenylazo)-resorcin, Indicator 368
Sulfokohle, Bestimmung von Sulfogruppen im Kationenaustauscher Sulfokohle 47
4-Sulfonamidbenzoldiazoniumchloridlösung zur Bestimmung der Esteraseaktivität 318
Sulfonamide, Identifizierung 229; Bestimmung 57
Sulfone, Bestimmung von Schwefel 389
Sulfonierungsgemische, Analyse 448
Superphosphat, Untersuchung 152

Tabak, Nachweis von D-Fructose und D-Glucose 215
Tabletten, Identifizierung von Barbituraten 239; Bestimmung von Theophyllin, Pentobarbital und Papaverin nebeneinander 63; von Imidazolinen 233
Tannin, Tüpfelnachweis 443
Tantal, Abtrennung von Niob 139
Taurin, Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
Technetium, Bestimmung mit Thiocyanat 439
Teer, Bestimmung von Bor 45
Teerdestillate, Bestimmung von Basen in flüssigen und festen Teerdestillaten 46
Teerfraktionen, Bestimmung von Indol 46
Tellur, Bestimmung in Blei und Bleilegierungen 148
Tellurat, Abtrennung 363
Tellurit, Abtrennung 363
Testosteronpropionat, colorimetrische Bestimmung 72
Tetraäthylblei, Bestimmung in Benzin 137
Tetracen, polarographische Bestimmung 215
1,1,1,2-Tetrachlor-2,2-bis(p-chlorphenyl)-äthan, polarographisches Verhalten 216
Tetrachlordiphenyldisulfimide zur Charakterisierung von Stickstoffverbindungen 293
Tetracycline, Bestimmung 57; polarimetrische Bestimmung von Zucker im Harn nach Tetracyclingaben 158
1,2,3,4-Tetrahydrochinolin, Identifizierung 294
1,2,3,4-Tetrahydro-1-naphthylperoxyd, Bestimmung 292
Tetramethylamoniumbromid, Nachweis 130
Tetramethylthiuramdisulfid, Röntgen-Beugungsinterferenzen 58
Tetramethylthiurammonosulfid, Röntgen-Beugungsinterferenzen 58

Tetraphenyloborat zum Nachweis von Polyalkylenoxyd 38
Tetraphenyloborate von Alkalien und organischen Basen, argentometrische Bestimmung 368
Tetrathionat, Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 435; papierchromatographische Abtrennung 286
Thallium, Reaktion mit 2-Mercaptochinolin 183; Bestimmung mit Rhodamin B 381; fluorimetrische Bestimmung 381; Titration 367; elektrophoretische Abtrennung 363; polarographische Bestimmung in technischen Produkten 146; Bestimmung in Indium 299
Thallium(I)-salze, Mitfällung von Caesium 132
Thebain, R_f-Wert 65
2-Thenoylperfluorbutyrylmethan, Absorptionsspektrum des Chelats mit Uran 437
2-Thenoyltrifluoraceton, zur Bestimmung von Plutonium(IV) 380; Absorptionsspektrum des Chelats mit Uran 437
Theophyllin, Bestimmung in Tabletten 63
Therapeutica, spektralphotometrische Bestimmung im UV-Licht 226
Thermische Analyse, Apparatur 131
Thermodiffusion, zur Trennung organischer Schwefelverbindungen 49
Thermogravimetrie, derivative Thermogravimetrie 366
Thermometrische Tritrationen, Einrichtung zur Registrierung 289
Thermophosphat, Untersuchung 152
Thiamin, chromatopolarographische Bestimmung 224
Thiocarbostyril als analytisches Reagens 182
Thiocyanat, siehe Rhodanid
N-Thioformylamino-N′-thioformylanilinohydrazin(I) zur Fällung von Cadmium 135
Thioglykolsäure, Tüpfelnachweis 443; Titration der Sulfhydrylgruppe 209
Thioglykolsäureanilid, Tüpfelnachweis 443
Thioharnstoff, Infrarotspektrum 68
2-Thiohydantoin, Infrarotspektrum 68
Thionalid, Tüpfelnachweis 443
Thiosalicylsäure, Tüpfelnachweis 443
Thiosulfat, Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 435; Titration 291; Untersuchung 436; Bestimmung des Gesamtschwefels 434; Abtrennung 363; papierchromatographische Abtrennung 286
Thioverbindungen, Tüpfelnachweis 443
Thiram, Bestimmung der Rückstände 400
Thiuramdisulfidgruppe, Bestimmung 209
Thorium, Bestimmungsmöglichkeiten 137; Bestimmung 129; geringer Mengen 379; Abtrennung des Wismuts vor der Thoriumbestimmung in Legierungen 149; Abtrennung von Uran 351
Threonin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
D,L-Threonin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Thromboplastin, zur Bestimmung von Prothrombin im Blut 314
Ticarda, Nachweis 79
Tinctura Chinae, Bestimmung der Gesamtalkaloide 237
Titan, Nachweis mit Chromotropsäure 412; Abtrennung von Niob 139; Bestimmung in Eisen, Stahl und anderen Metallen 303; Bestimmung von Kohlenstoff 148; von Sauerstoff 148. 149
Titan(III), Titration 366; Bestimmung in der Titanweißfabrikation 125
Titanlegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 148
Titanpolyphosphat zur Bestimmung von Sulfat 436
Titanpolyphosphatlösung zur Bestimmung von aromatischen Nitroverbindungen 216
Titanweißfabrikation, Bestimmung von Ti^{III} und Fe^{III} 125
Titrationen, oxydimetrische und reduktometrische Titrationen in neutralen Lösungen 366; mit alkalischer Hexacyanoferrat(III)-lösung 291
Tocopherol, Bestimmung in oxydierten Fetten 225
Tolazolin, Bestimmung 233
p-Tolualdehyd, Bestimmung 294
Toluidine, Nachweis 294; Identifizierung 294; Identifizierung der isomeren Toluidine 41
Toluol-2,3-dithiol, Tüpfelnachweis 443
Toluol-3,4-dithiol, Zinkkomplex zum Nachweis von Arsen und Germanium 138
p-Toluolsulfonsäure zur Tüpfelprobe auf Steroide 72
Tomaten, Nachweis von Triphenylzinnacetat 431
Tomatid-Cholesterin, Analyse 72

Ton, Bestimmung von Eisen 151
Toxikologie, Nachweis von Barbituraten in Schlafmitteln 77; von Strychnin in biologischem Material 67; Unterscheidung von Morphinderivaten 80
Toxikologisch wichtige Arzneistoffe, Nachweis der Ausscheidungsprodukte 79
Tral (Anticholinergicum), Bestimmung 228
Triacetin, Bestimmung von Phthalatestern in Gegenwart von Triacetin 51
Triäthanolamin, Komplexbildner bei der polarographischen Bestimmung von Mangan 142
Triäthyl-n-butylammoniumhydroxyd, zur Titration substituierter aromatischer Amine 40
Trichloracetate, R_f-Werte 286
Trichlorphenol, Bestimmung in technischem Trichlorphenol 54
Triglyceride des Serums, Mikrobestimmung 238
2,4,6-Trimethylpyridin, Infrarotabsorption 43
Trinitrobenzoesäure, Abtrennung 124
Tri(p-nitrophenyl)-methylhydroperoxyd Bestimmung 292
Trinitrotoluol, Abtrennung 124
2,4,6-Trinitrotoluol, Bestimmung 216
Trinitroverbindungen, volumetrische Bestimmung 216
Triphenylmethylperoxyd, Bestimmung 292
Triphenylzinnacetat, Bestimmung in Pflanzenmaterial 429
Tripolyphosphate, Identifizierung 432
Tritium, Bestimmung im Wasser 298
Tritium enthaltendes Methyljodid zur Konstitutionsaufklärung von Polysacchariden 39
Trockenhefe, Bestimmung von Thiamin 224
Tropin, Bestimmung 57
Tryptophan, Bestimmung in Proteinen 310; in Proteinhydrolysaten 311
D,L-Tryptophan, Infrarotspektren von Derivaten 68
Tüpfelanalyse, Nachweis von o-Aminophenol und Glyoxal 30
Tumor, Elektrophorese des Serums von Tumorträgern vor und nach der Bestrahlung 158
Tyramin, Bestimmung 42; analytische Daten 75
Tyrosin, Bestimmung in Proteinen 310; Bestimmung in Proteinhydrolysaten 309, 311
L-Tyrosin, Infrarotspektren von Derivaten 68
Tyvelose, Bestimmung in Hydrolysaten von Lipopolysacchariden 67

Uran, Bestimmung mit 1-Nitroso 2-Hydroxy-3-naphthoesäure 403; gravimetrische Bestimmung mit Phenylglycin-o-carbonsäure 349; Trennung von Th und Zr 351; Abtrennung von Wismuts vor der Uranbestimmung in Legierungen 149
Uran(IV), oxydimetrische Bestimmung 1; Titration mit Permanganatlösung 266
Uranchelate, Absorptionsspektren der Chelate mit β-Diketonen 437
Urandioxyd, Bestimmung in Edelstahl 306
Uranperoxyd, manganometrische Titration 438
Uranspaltprodukte, Darstellung von Caesium 132
Uranyl, Reaktion mit Chromotropsäure 413; mikroanalytischer Nachweis 362; elektrophoretische Untersuchung 410
Uranylcarbonat, Abtrennung 363
Uranylsulfat, mikroanalytischer Nachweis 362
Urin, Bestimmung von Arsen 432; Bestimmung von Harnstoff als Ammoniak 459; von Hippursäure 69; Identifizierung von Barbituraten 239; Nachweis von Bilirubin 159; Untersuchung auf Sorbit 214; Bestimmung der Amylase 464; siehe auch Harn
Urotropin, Komplexe mit Kobaltmalonat 441; Bestimmung flüchtiger Amine neben Ammoniak 208

n-Valeriansäure, R_f-Wert 212
γ-Valerolacton, R_f-Wert 212
Valin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 311; Nachweis bei der Analyse von Hyaluronidase-Präparaten 320
D,L-Valin Infrarotspektren von Derivaten 68
Vanadat, Reaktion mit Chromotropsäure 413; Titration 367
Vanadium, Titration 367; Bestimmung mit β-Benzoylphenylhydrazin 433; Bestimmung in natürlichen Wässern 298; in Chrom 306; in Brennstoffaschen 47; Bestimmung von Chrom und Nickel 306
Vanadium(V)-oxychlorid, Bestimmung 434
Vanadyl, Rhodanokomplex 27; Reaktion mit Chromotropsäure 413

Vanillin, Bestimmung 294
Variaminblau, Oxydationsmechanismus des Indicators Variaminblau 367
Varianzanalyse zur Lösung analytisch-chemischer Probleme 13
Verbrennungsanalyse, Verwendung von Silberdichromat als Katalysator 21; silberhaltige Katalysatoren für die Verbrennungselementaranalyse 202
Vernickelungsbäder, Bestimmung von Ni und B 395
Veronal, R_f-Wert 78; Bestimmung in einem Exanthem 78
Vinylchlorid, Quecksilberbestimmung in Katalysatoren zur Vinylchloridherstellung 152
Vitamin A, neue Bestimmungsmethode 224
Vorlegierungsproben, Störfehler röntgen-fluorescenzspektroskopische Messungen 282

Wäßrige Lösungen, Extraktion kleiner Substanzmengen 372
Warfarin, Nachweis 452
Waschmittel, Bestimmung von Wasser 454; von Schwefel 389
Wasser, elektrochemische Reduktion 289; Bestimmung nach Karl Fischer 130; Schwimmermethode zur Bestimmung der Dichteänderungen bei Isotopenanalysen 297; Untersuchung des Gemisches mit Benzol und Äthanol 323; des Gemisches mit Aceton 324; Bestimmung in Fleischprodukten und anderen Lebensmitteln 221; in Seifen und Waschmitteln 454; in Stärke, Stärkederivaten, und Stärkenebenprodukten 53; flammenphotometrische Analyse von natürlichem Wasser 392; Bestimmung von verschiedenen Stoffen in Seewasser 298; von Spurenelementen 392; des Tritiumgehaltes 298; der Lichtemission von Kupfer aus wäßriger Lösung 190; der Härte von trübem und gefärbtem Wasser 392; von Calcium und Alkalimetallen in verschiedenen Wässern 144; Messung von Kohlenstoff-14 und Schwefel-35 127; Bestimmung von Arsen 432; von Vanadium in natürlichen Wässern 298; von gelöstem Sauerstoff nach Winkler 391; von Sulfat 144; von Chlorid 145; von Eisen 145; von Parathion 299; siehe auch Abwasser
Wasserionen, elektrochemische Reduktion 289
Wasserlösliches Phosphat, Bestimmung 152
Wasserstoff, Silberdichromat als Katalysator bei der Bestimmung durch Verbrennung 21, 202; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 384; in alkali- und erdalkalihaltigen organischen Verbindungen 386; in organischen Borverbindungen 386; Mikro- und Halbmikrobestimmung in fluorhaltigen organischen Substanzen 202; schnelle Mikrobestimmung in fluororganischen Substanzen 385; Bestimmung v. Argon neben Wasserstoff 373
Wasserstoffperoxyd, Titration 367; Bestimmung von Arsen 432
Wasserstoffperoxyd-Schwefelsäure, Analyse 370
Weckamine, Nachweis 79
Wein, Identifizierung mit Hilfe seiner Aminosäuren 217
Weinsäure, Abtrennung 213; papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 213
Weißmetalle, Schnellanalyse 300
Whisky, Bestimmung von Zink 218
Wismut, Reaktion mit Chromotropsäure 413; Jodokomplex 27; Reaktion mit 2-Mercaptochinolin 183; Nachweis neben anderen Metallen 184; Ultramikrobestimmung 290; elektrophoretische Untersuchung 410; Abtrennung bei der Bestimmung von Uran und Thorium 149; Bestimmung in Blei und Bleilegierungen 147; komplexometrische Bestimmung in Arzneimitteln 58; Bestimmung mit Kaliumjodid in Gegenwart von Pyramidon 433
Wismuthalogenide, Hochspannungselektrophorese 287
Wismutlegierungen, Abtrennung von Wismut vor der Bestimmung von Uran und Thorium in Wismutlegierungen 149
Wolfram, Bestimmung in Nickellegierungen für Oxydkathoden 161
Wolframat, Reaktion mit Chromotropsäure 413; Endpunktsbestimmung der Titration mit Bleilösung 344
Wurmfarn, Trennung der Phloroglucinderivate in der Wurzel 228
Wurmmittel Piperazin, Bestimmung in Futtermitteln für Geflügel 235
Wurzel des Wurmfarnes, Trennung der Phloroglucinderivate 228

Xanthogenate, Analyse 39; Bestimmung in Reyon 450

Xylenblau VS, Indicator in der Mercurimetrie 368
Xylencyanol FF, Indicator in der Mercurimetrie 368
Xylenolorange, Indicator bei Fällungstitrationen 345; bei der komplexometrischen Bestimmung von Aluminium 378
p-Xylenolsulfophthalein, Indicator in der Mercurimetrie 368
Xylidine, Identifizierung 293
Xylose, Nachweis 214
Xylluose, Nachweis 214

Yttrium, Bestimmung von Strontium neben Yttrium 252
Yttrium-90, Trennung von Strontium-90 136

Zähne, Bestimmung von Fluor 456
Zahnpasten, Bestimmung der Schaumkraft 237
Zemente, Bestimmung von Schwefel 389
Zineb, Bestimmung der Rückstände 400
Zink, Abscheidungsspannung 126; Mitfällung mit Anthranilsäure 375; R_f-Werte verschiedener Salze 286; elektrophoretische Untersuchung 410; chelatometrische Bestimmung mit Variaminblau als Indicator 376; mit Eriochromblau als Indicator 341; Titration mit Hydrogensulfidlösung 127; Bestimmung in Whisky 218; in Seewasser 298; in Aluminium 146; in Nickelsulfat 150; in Brennstoffaschen 47; Nachweis von Cadmium neben Zink 29; Bestimmung von Germanium neben Zink 394
Zinkdithiol, zum Nachweis von Germanium und Arsen 138
Zinkerz, flammenphotometrische Bestimmung von Kupfer 195
Zinkkomplex von Toluol-3,4-dithiol, zum Nachweis von Arsen und Germanium 138
Zinklegierungen, flammenphotometrische Bestimmung von Kupfer 195
Zinn, elektrophoretische Untersuchung 410; Abtrennung von Niob 139; Bestimmung in Zirkonium und Zirkoniumlegierungen 301; in Eisen und Stahl 303; Einfluß auf die Emission von Kupfer in der Flamme 193; Bestimmung von Germanium neben Zinn 394
Zinn(II), Verwendung bei der Trennung der Kupfer- und Arsengruppe 366; Nachweis im UV-Licht 136; Titration 367
Zinn-Antimon-Legierungen, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Kupfer 195
Zinn(II)-chlorid, Titration mit Jodmonochlorid 339
Ziram, Bestimmung der Rückstände 400
Zirkonium, Reaktion mit Chromotropsäure 413; Bestimmungsmöglichkeiten 137; maßanalytische Bestimmung 382; Abtrennung von Uran 351; Bestimmung von Kohlenstoff 148; von Zinn 301
Zirkoniumlegierungen, Bestimmung von Zinn 301
Zucker, Fließmittel in der Papierchromatographie 287; papierchromatographische Trennung und Nachweis mit Sprühreagens 214; papierchromatographische Trennung von Phosphorsäureestern 215; Bestimmung in Seewasser 298; in Nährböden 158; in Blut 460; im Harn nach Verabreichung von Tetracyclin 158
Zuckerarten, Untersuchung mit Hilfe der Formazanreaktion 446
Zuckerrüben, Bestimmung von Strontium 261
Zweikomponentensystem, UV-Analyse 284